UNIVERSITÉ DE CAEN

FACULTÉ DES SCIENCES

THÈSES

présentées à la FACULTÉ des SCIENCES de L'UNIVERSITÉ DE CAEN

pour obtenir

le grade d'INGÉNIEUR-DOCTEUR

par

JEAN-CLAUDE LECORDIER
Ingénieur I. T. N.

PREMIÈRE THÈSE :

Application des propriétés magnéto-électriques des couches minces d'antimoniure d'indium à la mesure des champs magnétiques par effet Hall.

DEUXIÈME THÈSE :

Proposition donnée par la Faculté : *La télévision*

présentées et soutenues le 18 décembre 1962

JURY :

Président : Monsieur COLOMBANI, Professeur
Examinateurs : Messieurs CABANNES, Professeur
VALENTIN, Maitre de Conférences

UNIVERSITÉ DE CAEN

FACULTÉ DES SCIENCES

THÈSES

présentées à la FACULTÉ des SCIENCES de L'UNIVERSITÉ DE CAEN

pour obtenir

le grade d'INGÉNIEUR-DOCTEUR

par

JEAN-CLAUDE LECORDIER

Ingénieur I. T. N.

PREMIÈRE THÈSE :

Application des propriétés magnéto-électriques des couches minces d'antimoniure d'indium à la mesure des champs magnétiques par effet Hall.

DEUXIÈME THÈSE :

Proposition donnée par la Faculté : *La télévision*

présentées et soutenues le 18 décembre 1962

JURY :

Président : Monsieur COLOMBANI, Professeur

Examinateurs : Messieurs CABANNES, Professeur

VALENTIN, Maître de Conférences

BIBLIOTHÈQUE

UNIVERSITE DE CAEN

FACULTE DES SCIENCES

ANNEE SCOLAIRE 1962-1963

PERSONNEL ENSEIGNANT DE LA FACULTE DES SCIENCES

MM.	LOZAC'H	Doyen, Professeur (Chimie)
	DANGEARD	Professeur (Géologie)
	SCHERER	Professeur (Physique Générale)
	APERY	Professeur (Mathématiques pures)
	JACQUET	Professeur (Microbiologie)
	BOCQUET	Assesseur, Professeur (Zoologie)
	COLOMBANI	Professeur (Physique)
Mme.	WALTER-LEVY	Professeur (Chimie)
MM.	PITOT	Professeur (Botanique)
	CAMPBELL	Professeur (Mécanique rationnelle)
	BACHELET	Professeur (Chimie)
	VIALLE	Professeur (chimie)
	COJAN	Professeur (Physique)
	PALLU de la BARRIERE	Professeur (Mathématiques)
	PHAM	Professeur (Mathématiques)
	GIACOMO	Professeur (Physique)
	REY	Professeur (Zoologie)
	MONIER	Professeur (Minéralogie)
	CONIA	Professeur (Chimie)
	PAREYN	Professeur (Géologie)
Mme.	GAYRAL	Professeur (Botanique)
MM.	ROMANET	Professeur (Chimie)
	BINET	Professeur (Botanique)
	THUREAU	Professeur (Physique)
	BOURION	Professeur (Mathématiques)
	BACKES	Professeur (Chimie)
	TAMARI	Professeur associé (Mathématiques)
	DOGUET	Professeur sans chaire (Biologie végétale)
	CABANNES	Professeur sans chaire (Physique)
	RYBAK	Professeur sans chaire (Physiologie animale)
	MABBOUX-STROMBERG	Professeur sans chaire (Physique)
	NATAF	Professeur sans chaire (Mathématiques)
Melle	COUILLAUD	Professeur sans chaire (Physique).
MM.	GIRAULT	Maitre de Conférences (Mathématiques)
	GEFFROY	Maitre de Conférences (Mathématiques)
	BARRAT	Maitre de Conférences (Physique)
	BERNARD	Maitre de Conférences (Chimie)
	LEGROS	Maitre de Conférences (Physique)
	GAULT	Maitre de Conférences (Chimie)
	SALMON	Maitre de Conférences (Physique)
Melle	DEMEUSY	Maitre de Conférences (Biologie)
MM.	MOLLIER	Maitre de Conférences (Chimie)
	PINAZZI	Maitre de Conférences (Chimie)
	GRAF	Maitre de Conférences (Physique)

MM.	KAUFFMANN	Maitre de Conférences (Microbiologie)
Mme	CONNES	Maitre de Conférences (Physique)
MM.	BOK	Maitre de Conférences (Physique appliquée)
	DESCHANVRES	Maitre de Conférences (Chimie)
	BOULLARD	Maitre de Conférences (Biologie végétale)
Mme	BLANCHETON	Maitre de Conférences (Mathématiques)
MM.	THUILLIER	Maitre de Conférences (Chimie)
	CHANTREL	Maitre de Conférences (Physique)
	MERCOUROFF	Maitre de Conférences (Physique)
	VALENTIN	Maitre de Conférences (Physique)
	SIGNORET	Maitre de Conférences (Zoologie)
	CACHON	Maitre de Conférences (Zoologie)
	PASTOUR	Maitre de Conférences (Chimie)
Mme	GHINEA	Chargée d'Enseignement (Mathématiques)

M.	CAUCAL	Attaché Principal, Secrétaire des Facultés de Droit et des Sciences.

A MON MAITRE

Monsieur le Professeur COLOMBANI

en témoignage de ma reconnaissance

Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41542709_0019

A MES PARENTS

A MES AMIS

Que ce travail exprime ma reconnaissance et mes remerciements à tous les chercheurs et techniciens du Laboratoire de Physique des Couches Minces pour l'aide précieuse qu'ils m'ont toujours apportée.

SOMMAIRE

CHAPITRE I

EFFET HALL DANS LES SEMICONDUCTEURS ET PROPRIETES DE L'ANTIMONIURE D'INDIUM

I-1 : FORMULES FONDAMENTALES DE L'EFFET HALL

I-2 : CAUSES D'ERREUR DANS LA MESURE DE L'EFFET HALL

I-21 : Causes agissant sur l'amplitude de l' ffet Hall

I-211 : Géométrie des éléments

I-212 : Largeur des contacts

I-213 : Effet de champ magnétique

I-214 : Influence de la température sur la constante de Hall

I-215 : Influence de la température sur la conductibilité

I-216 : Magnétorésistance

I-217 : Tension résiduelle dua au courant d'alimentation

I-218 : Charge du circuit de Hall

I-219 : Bruit de l'effet Hall

I-3 : PROPRIETES GALVANOMAGNETIQUES DE L'ANTIMONIURE D'INDIUM

Bibliographie.

CHAPITRE II

GROUPE DE POMPAGE POUR PREPARATION DE COUCHES MINCES SEMICONDUCTRICES PAR EVAPORATION SOUS VIDE POUSSE

II-1 : NECESSITE DE FAIRE DES EVAPORATIONS SOUS VIDE POUSSE POUR LA PREPARATION DE COUCHES MINCES SEMICONDUCTRICES

II-2 : DESCRIPTION DU GROUPE DE POMPAGE EXISTANT

II-3 : DESCRIPTION DE LA POMPE A TITANE INTRODUITE DANS LE GROUPE

II-31 : Nécessité d'un support pour l'évaporation continue du titane.
II-32 : Résultats obtenus avec un fil de tungstène utilisé comme support.
II-33 : Application à la régulation d'une pompe à titane dans laquelle on peut régler facilement le taux d'évaporation.
II-34 : Réalisation pratique de la pompe à titane
II-341 : Essais avec un filament horizontal
II-342 : ESsais avec un filament vertical
II-35 : Résultats

II-4 : CONCLUSION

CHAPITRE III

PREPARATION DES COUCHES MINCES D'ANTIMONIURE D'INDIUM PAR EVAPORATION SOUS VIDE

III-1 : DIFFERENTES METHODES POSSIBLES POUR LA PREPARATION DE COUCHES MINCES D'ANTIMONIURE D'INDIUM

III-11 : Evaporation du composé InSb
III-12 : Evaporation simultanée des deux constituants
III-13 : Evaporation séparée de l'indium et de l'antimoine
III-14 : conclusion

III-2 : TECHNIQUES D'EVAPORATION DE L'INDIUM ET DE L'ANTIMOINE

III-21 : Evaporation de l'indium
III-22 : Evaporation de l'antimoine

III-3 : DETERMINATION DES EPAISSEURS

III-31 : Méthodes de détermination des épaisseurs
III-32 : Différences observées entre l'indium et l'antimoine
III-33 : Application à la préparation de couches minces ayant la composition stoechiométrique. Ecarts.

III-4 : PREPARATION DU COMPOSE InSb PAR RECUIT A PARTIR DE LA COUCHE MINCE HETEROGENE EVAPOREE SUIVANT LA TECHNIQUE PRECEDENTE

III-41 : Diffusion
III-42 : Recuit
III-421 : Nécessité d'enfermer la lame entre deux couches de SiO
III-422 : Description du four
III-423 : Mesure de la température
III-424 : Régulation de la température

III-5 : FORMES ADOPTEES POUR LA LAME DANS LE CAS PARTICULIER DE LA MESURE DE L'EFFET HALL

III-51 : Forme de la lame
III-52 : Contacts d'alimentation et de mesure de l'effet Hall
III-53 : Divers caches utilisés pour la préparation des lames
III-54 : Porte cache destiné à la préparation de 12 lames de même épaisseur
III-55 : Fabrication des caches

III-6 : LIAISON ELECTRIQUE ENTRE LA COUCHE MINCE OBTENUE PRECEDEMENT ET LES CIRCUITS DE MESURE ET D'ALIMENTATION

III-61 : Contacts mécaniques
III-62 : Contacts soudés

CHAPITRE IV

RESULTATS EXPERIMENTAUX

IV-1 : TECHNIQUES EXPERIMENTALES

IV-11 : Mesures de l'effet Hall en continu
IV-111 : Compensation de la tension résiduelle en l'absence de champ magnétique
IV-112 : Circuit d'alimentation de la lame

IV-12 : Production des champs magnétiques.

IV 2 : ETUDE AU DIFFRACTOGRAPHE ELECTRONIQUE DE LA FORMATION DE LA PHASE InSb.

IV-3 : INFLUENCE DU RECUIT SUR LA RESISTIVITE ET L'EFFET HALL

IV-31 : Cas des couches contenant un excès d'indium par rapport à la composition stoechiométrique.

IV-32 : Cas des couches contenant un excès d'antimoine par rapport à la composition stoechiométrique.

IV-4 : INFLUENCE DE LA COMPOSITION SUR LA SENSIBILITE DES LAMES OBTENUES

IV-5 : COEFFICIENT DE TEMPERATURE

IV-6 : VIEILLISSEMENT

IV-7 : MAGNETORESISTANCE ET LINEARITE

IV-8 : BRUIT DE FOND

CONCLUSION

INTRODUCTION

Jusqu'à la mise au point des gaussmètres à effet Hall, la mesure des champs magnétiques était une opération longue et délicate. La méthode la plus ancienne est la balance de Cotton. La balance de Sucksmith permet des mesures plus précises dans les champs élevés.

Le fluxmètre de Grassot est beaucoup plus répandu. La difficulté d'emploi de cet appareil réside dans son équilibrage. La sensibilité est faible et on peut difficilement l'utiliser pour la mesure de champs inférieurs à 1 000 oersteds.

On a également réalisé des magnétomètres à bobine tournante et à vibrations. Dans ce cas là, la difficulté vient de la réalisation des contacts tournants ou des vibreurs.

Il existe également des sondes magnétiques utilisant l'effet de magnétorésistance dans un fil de bismuth.

La dernière méthode en date est de loin la plus précise. Elle utilise la résonance magnétique qui se manifeste au sein d'un liquide riche en protons pour une fréquence qui est rigoureusement liée à la valeur du champ magnétique.

Ce procédé permet une précision supérieure au 1 000ème de Gauss. Malheureusement cette méthode nécessite un appareillage coûteux, compliqué et encombrant.

Entre ces différentes méthodes, le magnétomètre à effet Hall occupe une place intéressante, car le matériel nécessaire est peu en combrant. Les sondes peuvent être de très petite taille. Il permet une lecture directe car la tension que l'on recueille est proportionnelle au champ magnétique. Pour un matériau donné, la tension de Hall obtenue est inversement proportionnelle à l'épaisseur de l'échantillon. La difficulté de réaliser des sondes très minces à partir de matériaux massifs nous a conduit à réaliser ces sondes par évaporation sous vide d'un semi-conducteur. On peut ainsi obtenir des épaisseurs très faibles.

Le Chapitre I est un rappel des formules fond mentales de l'effet Hall et des principales erreurs qui peuvent s'introduire dans cette mesure.

Le Chapitre II est une description du groupe de pompage que j'ai utilisé pour faire les évaporations sous vide et de la pompe à titane que j'y ai introduite pour améliorer le vide et la vitesse de pompage.

Le Chapitre III est consacré à la préparation des sondes à effet Hall en couches minces et dans le chapitre IV j'ai groupé les résultats expérimentaux concernant les sondes que j'avais préparées.

CHAPITRE I

EFFET HALL DANS LES SEMICONDUCTEURS ET PROPRIETES DE L'ANTIMONIURE D'INDIUM

EFFET HALL DANS LES SEMICONDUCTEURS ET PROPRIETES DE L'ANTIMONIURE D'INDIUM

I-1 : FORMULES FONDAMENTALES DE L'EFFET HALL

L'effet Hall n'est qu'un aspect particulier des phénomènes électriques et thermiques d'un milieu conducteur mis en présence d'un champ magnétique : équations de Meixner (1).

C'est l'effet Hall isotherme qui sera ici l'objet des mesures et de l'application à la mesure des champs magnétiques.

Considérons un échantillon parallélipipédique de longueur L, de largeur l et d'épaisseur h (figure 1-1). Appliquons entre les faces A et B de l'échantillon une différence de potentiel V. La composante du champ électrique suivant ox, à l'intérieur de l'échantillon est donnée par :

$$\vec{E_x} = - \overrightarrow{\text{grad}}. V$$

ce qui donne en valeur algébrique : $E_x = - \frac{d V}{d x}$

$$= - \frac{V_B - V_A}{L}$$

Si R est la résistance de l'échantillon entre les faces A et B :

$$E_x = \frac{R I}{L}$$

Que l'on peut écrire également :

$$\vec{E_x} = \frac{R \vec{I}}{L} = \frac{\rho . L}{h \times l} . \vec{i} (l . h) . \frac{1}{L}$$

$$\vec{E_x} = \rho . \vec{i}$$

i étant la densité de courant.

$$\vec{i} = - n e \vec{v}$$

n = nombre d'électrons par cm^3.

Appliquons un champ magnétique $\vec{B}$ perpendiculaire à la face (ox, oy), de l'échantillon et au courant $\vec{I}$, les électrons

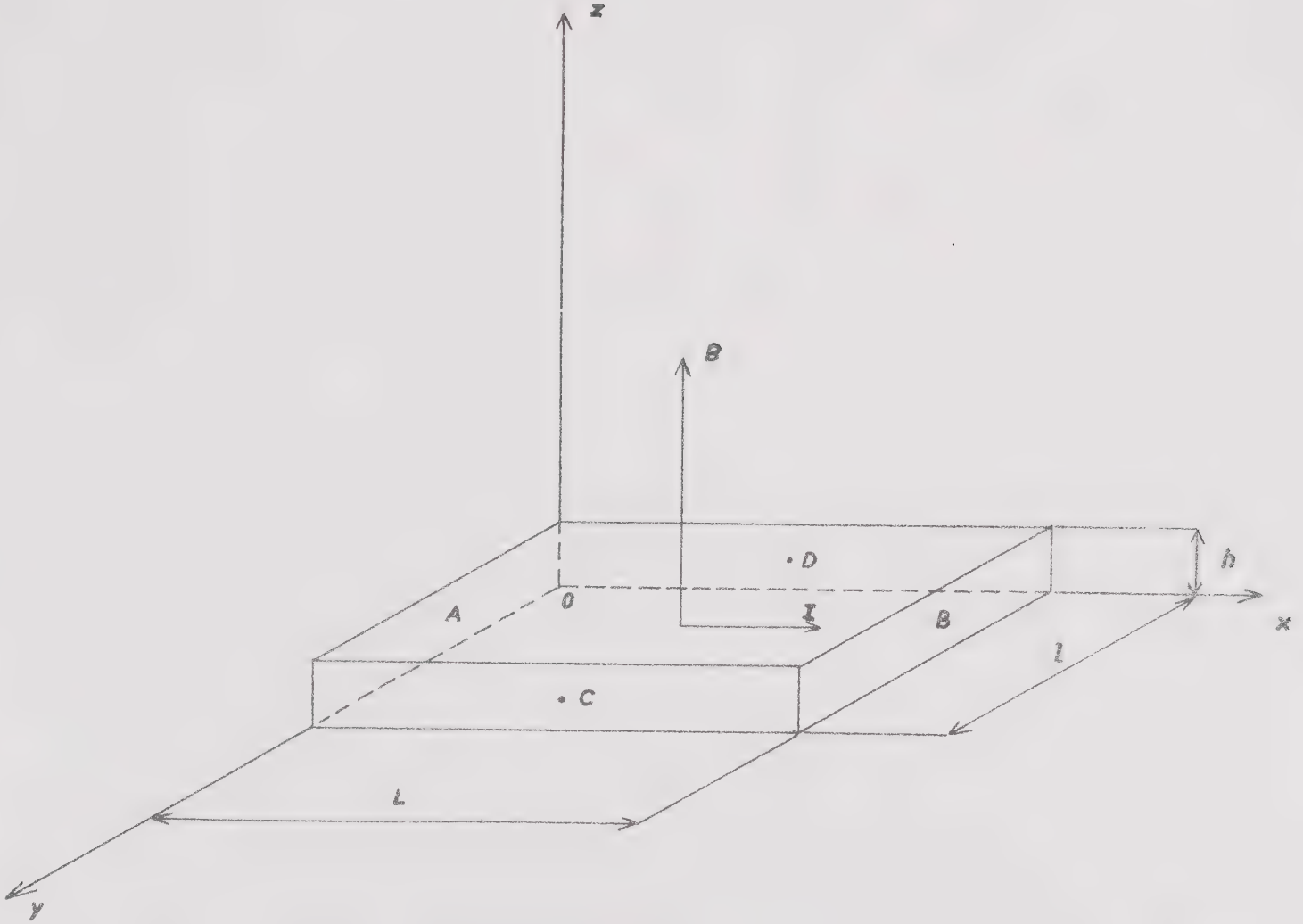


FIGURE 1_1

sont soumis à la force de Laplace :

$$\vec{F}_y = - e (\vec{v} \wedge \vec{B})$$

Sous l'action de cette force les électrons se dirigent vers la face C, il en résulte qu'il apparait sur la face D une charge positive, ce qui créé un champ électrique $\vec{E}_y$ dans l'échantillon.

Suivant l'axe Oy, l'électron est donc soumis à deux forces :

- Force de Laplace
- Force due à la composante $\vec{E}_y$ du champ électrique.

L'équilibre est atteint lorsque ces deux forces s'annulent d'ou :

$$- e (\vec{v} \wedge \vec{B}) - e. \vec{E}_y = 0$$

$$\vec{E}_y = - (\vec{v} \wedge \vec{B})$$

en introduisant la densité de courant $\vec{i}$:

$$\vec{E}_y = \frac{1}{n\,e} (\vec{i} \wedge \vec{B})$$

que l'on écrit encore en posant $R_H = - \frac{1}{n\,e}$ (constante de Hall)

$$\vec{E}_y = - R_H (\vec{i} \wedge \vec{B})$$

Introduisons la différence de potentiel de Hall :

$V_H = V_D - V_C$

$$\vec{E}_y = - \overrightarrow{\text{grad.}}\, V_H$$

$$E_y = \frac{V_D - V_C}{l} = R_H\, i.\, B$$

$$= R_H \frac{I}{l\,h} B.$$

$$V_H = R_H \frac{I.\,B}{h}$$

Cette formule est valable dans le cas d'une conduction par trous à condition de poser : $R_H = 1/n.e$

Une étude plus détaillée conduit à la relation :

$$R_H = \frac{3\,\pi}{8} \cdot \frac{1}{n\,e}$$

Elle peut être généralisée dans le cas où les deux types de porteurs sont en présence.

Si p et n sont respectivement les nombres de trous et d'électrons par cm^3, on a alors :

$$R_H = -\frac{3\pi}{8}\cdot\frac{n r^2 - p}{(nr + p)^2 e}$$

$r = \mu_n/\mu_p$ (rapport des mobilités des électrons et des trous)

La conductibilité σ s'exprime par la formule :

$$\sigma = e\,(n\,\mu_n + p\,\mu_p)$$

Les expressions de V_H, R_H et σ permettent d'envisager un certain nombre d'applications par la mesure de l'effet Hall. Une étude plus approfondie des équations de Meixner montre que d'autres phénomènes entrant en jeu peuvent perturber les mesures d'effet Hall.

D'autres causes d'origine extérieure peuvent également perturber ces mesures.

I-2 : CAUSES D'ERREUR DANS LA MESURE DE L'EFFET HALL

I-21 : Causes agissant sur l'amplitude de l'effet Hall

I-21,1 - Géométrie des éléments

L'étude précédente suppose que la répartition des lignes de courant est uniforme dans l'échantillon. Cette uniformité ne peut être réalisée que si L est suffisamment grand par rapport à l.

Une étude menée par ISENBERG, RUSSEL et GREENE (2) ainsi que par VOLGER (3) montre que le rapport δ de la tension de Hall mesurée sur une plaque de longueur L et de largeur l a la tension que fournirait une plaque de même largeur mais de longueur infinie parcourue par un même courant et donné par la formule :

$$\delta = \frac{8}{\pi^2}\cdot\frac{L}{l}\sum_{k=0}^{\infty}\frac{(-1)^k}{(2k+1)^2}\,\text{th}\,\frac{2k+1}{2}\,\pi\,\frac{l}{L}$$

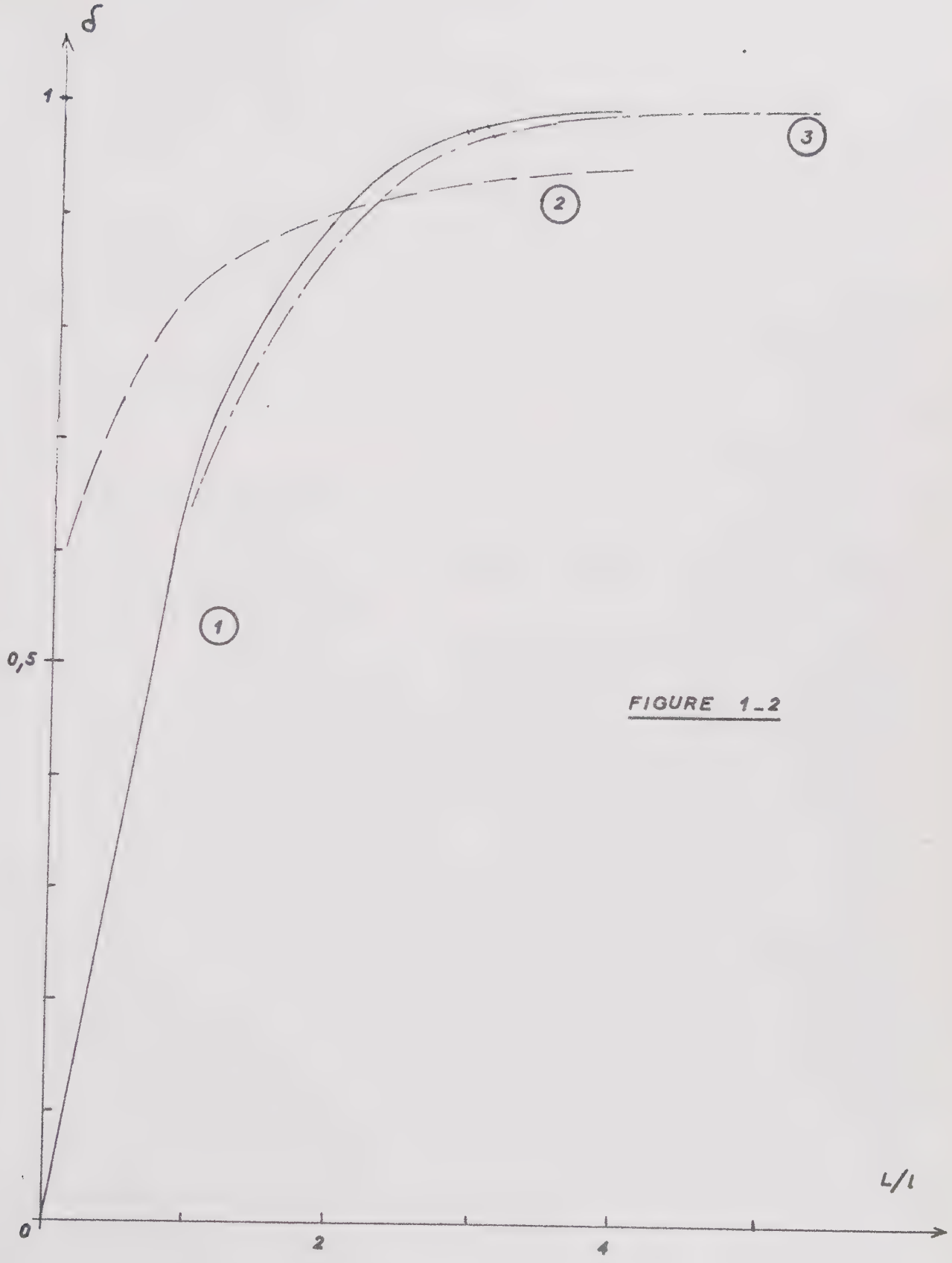


FIGURE 1_2

La courbe 1 de la figure 1-2 représente la variation de δ en fonction de L/l.

Une étude expérimentale menée par E.H. HALL (4) aboutit à la formule :

$$\delta = 1 - 0{,}157 \sqrt[3]{L/l} \qquad \text{(courbe 2)}$$

J.P.JAN (5) dans une étude sur l'effet Hall du fer massif a trouvé que la courbe (1) était la plus satisfaisante. Une autre étude faite sur les couches minces de bismuth par A. COLOMBANI et P.HUET (6) confirme ce point de vue (courbe 3).

Ces diverses considérations m'ont amené à choisir un rapport L/l égal à 5, ce qui donne une tension de Hall égale à 99,7 % de la valeur maximale.

I-212 : Largeur des contacts

La constante de Hall tend vers un maximum lorsque le rapport de la largeur s des sondes de Hall à la longueur L de la lame tend vers 0. (7)

Lorsque ce rapport devient supérieur à 0,2 la valeur de R_H dépend de l'induction B, il en résulte alors une non linéarité de la tension de Hall en fonction de B. C'est pourquoi j'ai choisi un rapport s/L aussi petit que possible (0,04), cette limite étant imposée par la tenue mécanique et la réalisation des contacts.

I-213 : Effet de champ magnétique (8)

En plus de l'effet précédent, le champ magnétique fait apparaitre du fait des déformations des lignes de courant un gradient de température (effet Ettinghausen) qui peut perturber la mesure de l'effet Hall. Ce gradient de température crée une différence de potentiel thermoélectrique entre les points C et D.

Dans le cas de la mesure de l'effet Hall sur les couches minces, la masse du support étant considérable par rapport à celle de la couche, son inertie thermique élimine cet effet.

I-214 : Influence de la température sur la constante de Hall

Plusieurs auteurs (7)(9)(10)(11) ont montré l'influence de la température sur la constante de Hall. Cette variation peut atteindre jusqu'à 1,5 % par degré centigrade.

Comme précédemment l'inertie thermique du support et le blindage thermique protégeant la lame suppriment les variations brusques de température.

I-215 : Influence de la température sur la conductibilité

La mesure des champs magnétiques par effet Hall suppose que l'on maintient constant le courant I qui circule dans la sonde.

Le coefficient de température de l'InSb en couche mince étant élevé (12)(13), il importait de maintenir la température constante aussi rigoureusement que possible.

I-216 : Magnétorésistance

La magnétorésistance de l'antimoniure d'indium dans le domaine des épaisseurs où je travaille atteint 20 % pour des champs, de 37 000 oerteds et pour un rapport L/l égal à 1/4 (8).

Dans le cas où le rapport L/l est égal à 1, la magnétorésistance est déjà trois fois plus faible. Pour une lame utilisée pour les mesures d'effet Hall L/l = 5, on trouve une variation de résistance n'atteignant pas 1 % pour des champs de l'ordre de 13 kOe.

I-217 : Tension résiduelle due au courant d'alimentation

L'étude faite précédemment suppose que les deux contacts de mesure de la tension de Hall se trouvent sur une équipotentielle. Dans ce cas il n'apparait aucune tension résiduelle due au courant d'alimentation.

En pratique, cette condition est très difficilement réalisable et il apparait en l'absence de champ magnétique une tension résiduelle qu'il faut compenser.

Une étude faite par GLENSKI et LANDOLT (7) sur un échantillon massif, montre que cette tension résiduelle n'est pas

proportionnelle à I (figure 1-3). Dans son cas cette tension peut être considérée comme la somme de deux composantes, l'une symétrique et l'autre assymétrique.

Dans le cas des couches minces que j'ai utilisées, l'intensité étant très faible seule subsiste la composante assymétrique, c'est à dire que la tension résiduelle est proportionnelle au courant, ce qui est intéressant dans le cas où l'on utilise le courant d'alimentation I pour compenser la tension résiduelle (14).

I-218 : Charge du circuit de Hall

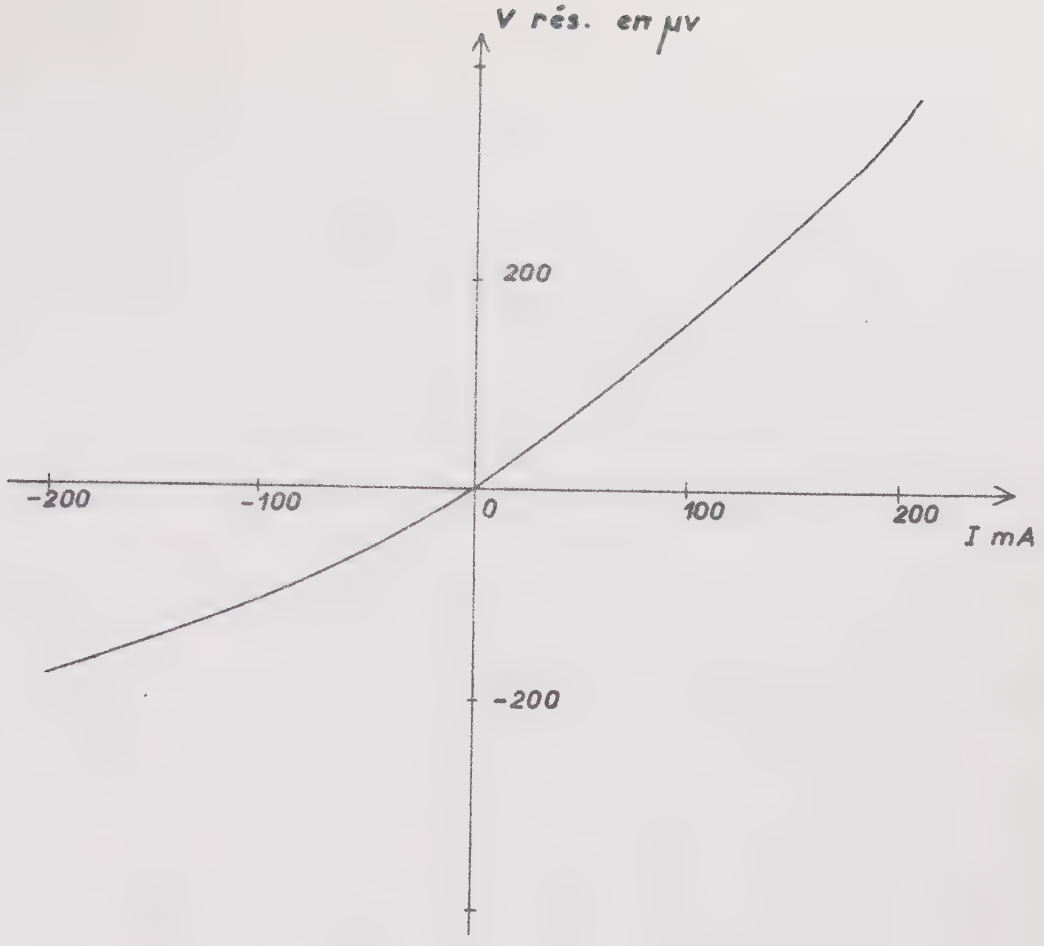
Dans le cas où l'on charge le circuit de Hall, il s'établit entre les sondes un courant I' perpendiculaire au courant I. L'action du champ magnétique sur I' crée une f.é.m. de Hall qui tend à faire varier le courant I. Le champ magnétique établit donc un couplage entre le circuit d'alimentation et le circuit de mesure.

Lorsque l'on demande de la puissance au circuit de Hall, la résistance interne du générateur de Hall diminue la tension recueillie. Le but de ce travail étant la mesure de l'effet Hall, j'ai donc été amené à utiliser pour cette mesure un microvoltmètre de très grande résistance interne de façon à rendre minimum le courant I'.

I-219 : Bruit de l'effet Hall

Lorsque l'on fait passer le courant I, il existe entre les sondes de Hall une certaine tension de bruit.

Lorsqu'on applique le champ magnétique, il vient s'y ajouter une autre tension de bruit dont la valeur quadratique moyenne varie linéairement avec le carré du champ. C'est cette tension de bruit qui fixe la limite inférieure des champs magnétiques mesurables.


V rés. en μv
200
-200
-100
0
100
200
I mA
-200

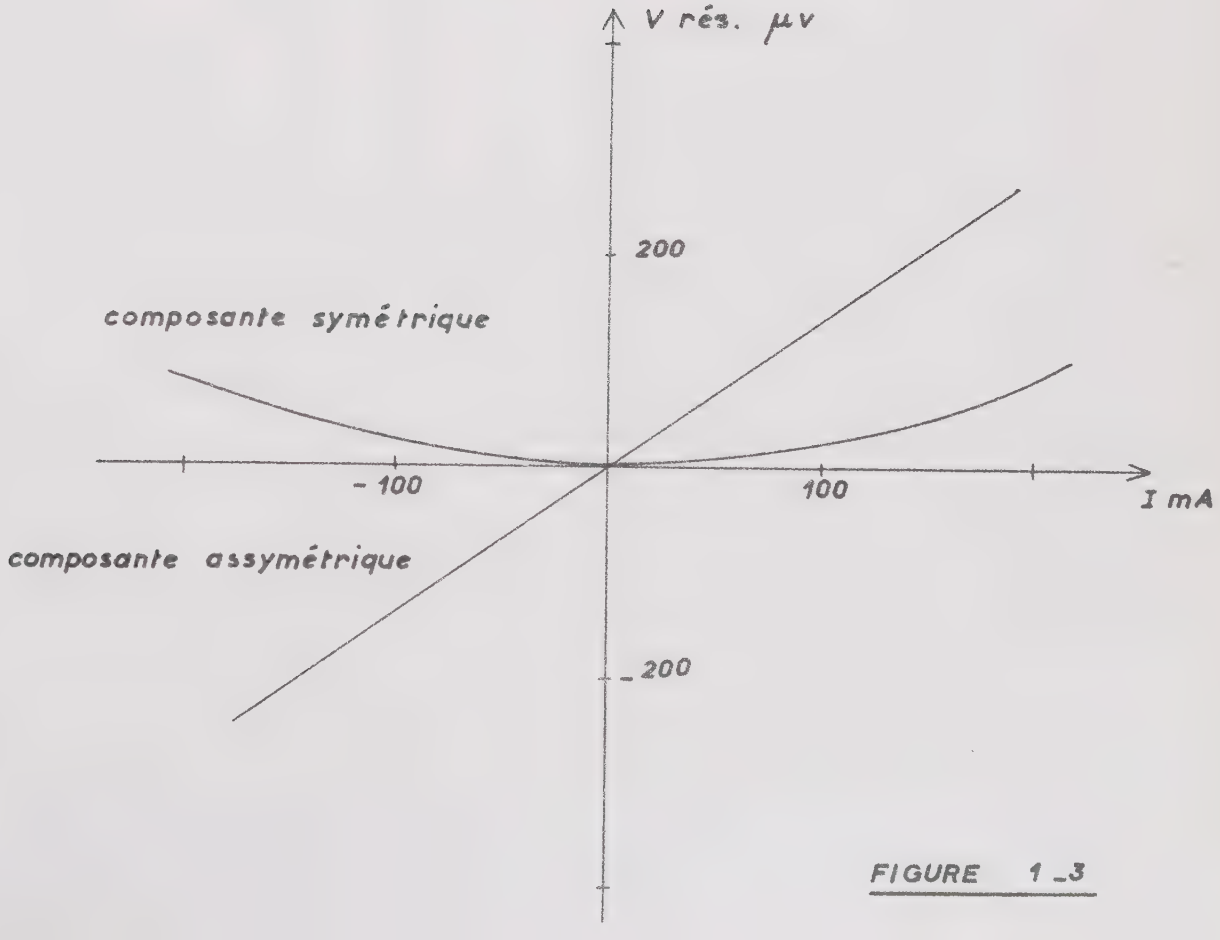

V rés. μv
200
composante symétrique
- 100
100
I mA
composante assymétrique
_200

FIGURE 1_3

I-3 : PROPRIETES GALVANOMAGNETIQUES DE L'ANTIMONIURE D'INDIUM

Ces dernières années, on a cherché dans certaines applications particulières à remplacer le germanium et le silicium par d'autres semi-conducteurs ayant des propriétés plus intéressantes. C'est ainsi que l'on a été amené à développer l'étude des composés III-V tels que GaAs, GaP, InSb, AlSb, InAs, etc... Parmi ceux-ci, InSb s'est révelé particulièrement apte à la fabrication de dispositifs utilisant d'effet Hall et l'effet photoélectrique.

Propriétés de l'antimoniure d'indium (9)(15)(16).

Si l'on considère une partie de la classification périodique des éléments (colonne III B, IV B, V B), on constate que :

III B	IV B	V B
B	C	N
Al	Si	P
Ga	Ge	As
In	Sn	Sb
Tl	Pb	Bi

Les éléments de la colonne IV à l'exception du plomb sont des semi-conducteurs. Ils cristallisent dans un réseau cubique à faces centrées en formant des liaisons avec quatre atomes voisins. Les 9 composés III-V formés par la combinaison d'un élément de la colonne III et d'un élément de la colonne V ont une structure du même type. Dans le cas de l'InSb les 4 liaisons sont formées par les 3 électrons de valence de In et les 5 de l'antimoine.

Du fait de cette structure identique les propriétés électriques de ces composés sont qualitativement les mêmes que celles des éléments semi-conducteurs de la colonne IV B.

Considérons le tableau suivant donnant les principales

propriétés relatives à l'effet Hall d'un certain nombre d'éléments du groupe IV et de composés III-V.

	distances des bandes ev	concentration intrinsèque des porteurs de charge/cm^3 à 300°K	μ_n à 300°K cm^2 V^{-1}s^{-1}	μ_p à 300°K cm^2 V^{-1}s^{-1}
Ge	0,72	$2,5.10^{13}$	3 600	1 700
Se	1,1	$6,8.10^{10}$	1 300	500
InSb	0,18	$2,10^{16}$	70 000	1 000
InAs	0,33	10^{17}	28 000	240
GaAs	1,35	6.10^{12}	4 600	300
AlSb	1,60		100	200
GaSb	0,67	$2,7.10^{12}$	4 000	800

Nous avons vu que :

$$R_H = -\frac{3\pi}{8}\,\frac{n r^2 - p}{(nr + p)^2 e}$$

$r = \mu_n / \mu_p$

Dans le cas de l'effet Hall ce sont le rapport μ_n/μ_p et les concentrations des porteurs qui interviennent.

Les meilleurs rendements seront donc obtenus avec les générateurs de Hall en InSb ou en InAs.

La dernière propriété qui aurait pu faire choisir l'un ou l'autre de ces deux composés est le coefficient de température.

Celui de l'InAs est beaucoup plus faible : $0,1.10^{-2}$ au lieu de $- 2.10^{-2}$ pour l'InSb. On aurait donc intérêt à utiliser l'arséniure d'indium pour la réalisation de sondes à effet Hall destinées à la mesure des champs magnétiques.

La difficulté d'obtenir des couches minces d'As et de former le composé InAs nous a obligé à abandonner ce corps au profit de l'InSb qui tout en donnant des résultats satisfaisants est d'une préparation beaucoup plus aisée.

BIBLIOGRAPHIE
CHAPITRE I

(1) - MEIXNER J. Ann.Physik, 1939, 35, 701 ; 1951, 40, 165
(2) - ISENBERG I, RUSSEL B.R. GREENE R.F. Rev.Sci.Instrum. 1948, 19, 685
(3) - VOLGER J. Phys.Rev.U.SA. 1950, 79, 1023
(4) - E.H.HALL, Phys.Rev.U.S.A.,1925, 26, 820
(5) - J.P. JAN, Helv.Phys.Acta, 1952, 25, 677
(6) - A.COLOMBANI, P.HUET, C.RAcad.Sci.Fr.,1957, 244, 1344
(7) - GLINSKI, LANDOLT J.P."Theory and practice of Hall Effect multipliers".
(8) - J.LAUNEY, C.R.Acad.Sci.Fr., 1957, 245, 1123
(9) - CUNNEL F.A., SAKER E.N. "Properties of III.V. compound semi-conductors" dans "Progress in semi-conductors" Heywood and Co, London, 1957, p. 37
(10) - KUG R.E.J. BARTLET B.E., Rev.Tech.Philips, 1960/61,20, 373
(11) - HROSTOWSKI H.J., MORIN F.J. GEBALLE T.H. WHEATLEY J.H. Phys.Rev.U.S.A. 100, 1955, 1672
(12) - J.LAUNEY, A. COLOMBANI, C.R.Acad.Sci.Fr., 1957, 245, 1009
(13) - C.PAPARODITIS, C.R.Acad.Sci.Fr., 1957, 245, 1526
(14) - B.DEVIN, L.KOCH, G.LAMBERT, Coll.Inter.sur les semi-conducteurs, 1961, p. 556
(15) - WELKER H., WEISS H., Goup III, Group V, Compounds, dans Solid State Physics (Academic Press, New-York, T.5,1957,p.1
(16) - MOSS T.S., "Indium Antimonide" dans "Progress in semi-conductors " Heywood and Co, London, 1960, p. 191.

CHAPITRE II

GROUPE DE POMPAGE POUR PREPARATION DE COUCHES MINCES SEMICONDUCTRICES PAR EVAPORATION SOUS VIDE POUSSE

GROUPE DE POMPAGE POUR PREPARATION DE COUCHES MINCES SEMICONDUCTRICES PAR EVAPORATION SOUS VIDE POUSSE

II-1 : NECESSITE DE FAIRE DES EVAPORATIONS SOUS VIDE POUSSE POUR LA PREPARATION DE COUCHES MINCES SEMICONDUCTRICES

La préparation des semiconducteurs exige aussi bien en massif qu'en couches minces une pureté aussi grande que possible du corps étudié ou des constituants du composé.

Dans le cas particulier des couches minces, si on part de constituants très purs lorsque l'on prépare les couches par évaporation sous vide il existe un certain nombre de risques de pollution du semi-conducteur, qui sont en relation avec la pression dans l'enceinte ou l'on évapore.

Si la pression est trop élevée la probabilité pour qu'un atome du métal évaporé rencontre une molécule gazeuse est grande. Il peut alors se produire des actions chimiques et physico-chimiques entre le métal évaporé et les gaz résiduels. On obtient alors des couches minces contenant le métal initial et les composés qui ont pu se former ainsi. L'amélioration du vide dans l'enceinte en augmentant le libre parcours moyen des molécules gazeuses diminue donc ce risque.

Aux pressions voisines de 10^{-5} mm Hg, le nombre de chocs par seconde entre les molécules gazeuses et une surface de 1 cm^2 reste considérable : $3{,}9.10^{15}$. Donc lorsque la couche de métal se forme, même si toutes les molécules gazeuses qui frappent la couche ne s'y condensent pas, le rapport entre le nombre de molécules fixées par la couche et le nombre d'atomes déposés reste élevé et peut atteindre 10 %. Ce rapport dépendant également du taux d'évaporation ; on a donc intérêt si on ne peut pas augmenter le taux d'évaporation dans des proportions élevées, à diminuer la pression dans l'enceinte. Le nombre de chocs par seconde sur une surface de 1 cm^2 étant proportionnelle à la pression, on peut donc espèrer que l'on enfermera 1 000 fois moins de molécules étrangères dans la couche si la pression passe de 10^{-5} à 10^{-8} mm Hg.

II-2 : DESCRIPTION DU GROUPE DE POMPAGE EXISTANT

Ce groupe de pompage comprend les éléments suivants :

- une pompe à palettes à injection d'air ayant un débit de 30 m^3/heure et donnant dans le groupe un vide de 10^{-2} mm Hg. Par l'intermédiaire de deux vannes à membrane, cette pompe à palettes peut être reliée soit à l'enceinte de travail pour le prévidage, soit à la pompe à diffusion d'huile.
- une pompe à diffusion d'huile fractionnante à trois étages dont la vitesse de pompage est de 250 à 300 l/sec. Le fluide utilisé dans cette pompe est une huile aux silicones (type D.C. 704, Edwards).
- un baffle à chevron, refroidi par une circulation de fréon, placé au-dessus de cette pompe à diffusion empêche les remontées de vapeur d'huile dans l'enceinte ou se font les évaporations.
- Enfin, entre ce baffle et l'enceinte de travail un piège à azote liquide améliore le vide limite et augmente la vitesse de pompage de l'ensemble.
- Une cloche en acier inoxydable refroidie à l'extérieur par une circulation d'eau constitue l'enceinte de travail ou se font les évaporations.

Cette cloche se lève au moyen d'une potence et d'un contre-poids et repose sur une platine en acier chromé à travers laquelle se font les arrivées de courant et circulations d'eau pénétrant sous vide.

Deux ouvertures permettent l'installation d'une jauge à ionisation pour la mesure du vide, et d'un hublot pour suivre la marche des évaporations.

Le volume utile de l'enceinte pour faire les évaporations est d'environ 36 litres.

On peut isoler cette enceinte du système de pompage précédent grâce à une vanne papillon placée entre le piège à azote liquide et la partie inférieure de la platine.

Tous les joints utilisés dans ce groupe sont des joints en néoprène enduits d'une légère couche de graisse dont la tension de vapeur est inférieure à 10^{-3} mm Hg à 300°C.

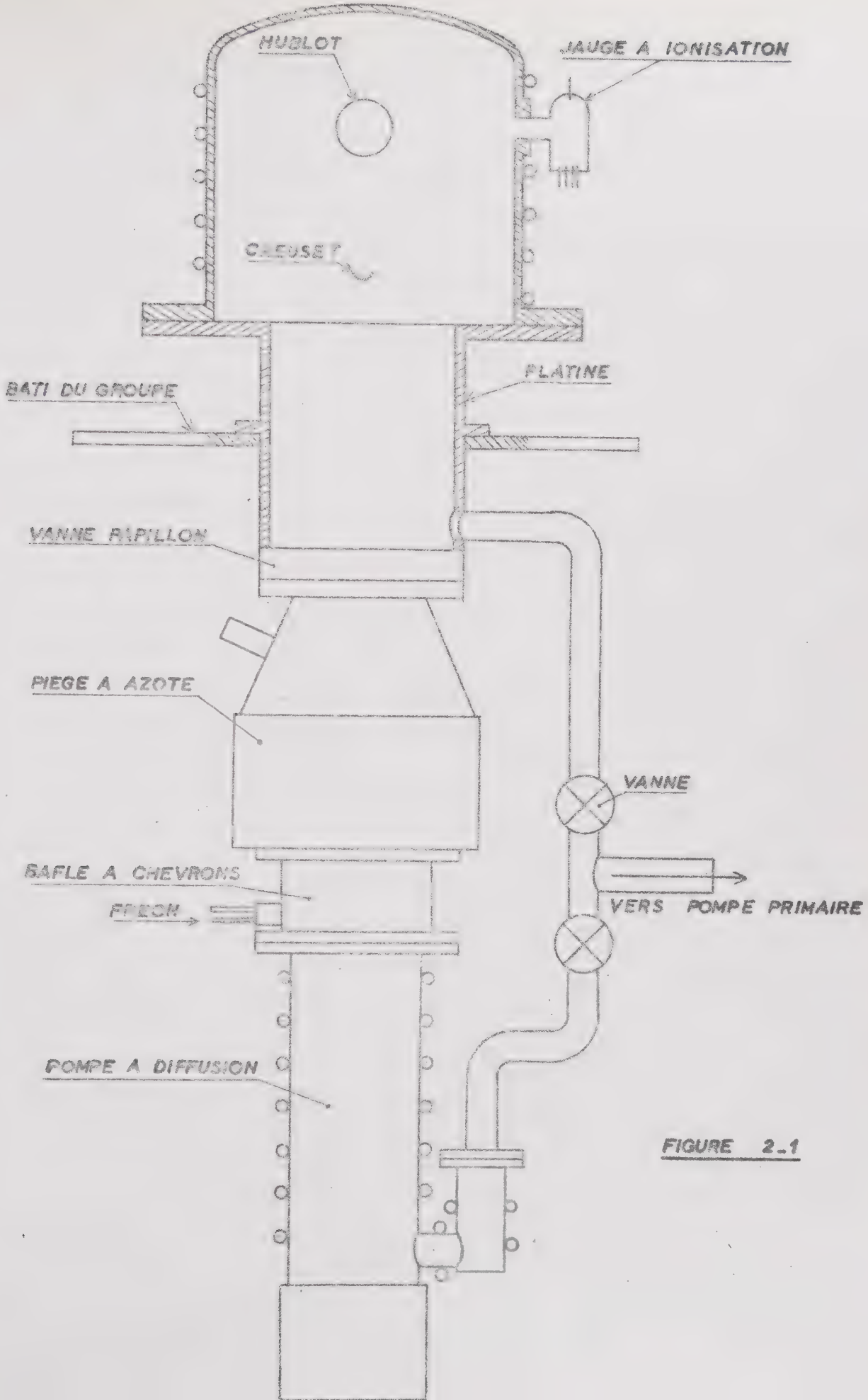

HUBLOT
JAUGE A IONISATION
CREUSET
PLATINE
BATI DU GROUPE
VANNE PAPILLON
PIEGE A AZOTE
VANNE
BAFLE A CHEVRONS
FREON
VERS POMPE PRIMAIRE
POMPE A DIFFUSION

FIGURE 2_1

Cet ensemble permet d'obtenir en deux heures une pression de 2.10^{-6} mm Hg. (figure 2-1)

II-3 : DESCRIPTION DE LA POMPE A TITANE INTRODUITE DANS LE GROUPE

II-31 : Nécessité d'un support pour l'évaporation continue du titane

Afin de ne pas introduire d'impuretés dans le couche métallique lors de sa formation, il est nécessaire que le vide soit le meilleur possible. A cet effet, j'ai ajouté à l'ensemble décrit précédemment, une pompe à titane.

Ce type de pompe à l'avantage de donner un vide plus poussé que les pompes à diffusion d'huile utilisées dans des montages classiques et ceci sans augmenter beaucoup le temps de pompage.

Le premier point délicat se présentant lors de la réalisation d'une pompe à titane, consiste à rechercher un support permettant une évaporation continue de ce métal. En effet le titane forme des alliages avec de nombreux metaux. La formation de ces alliages qui est inévitable aboutit généralement au perçage du creuset ou à la rupture du support. D'autre part, dans une pompe à titane il est intéressant de pouvoir régler le taux d'évaporation afin d'avoir la possibilité de compenser éventuellement des dégazages importants. Lorsque la réserve de titane ne se trouve pas dans le creuset, il est difficile de contrôler ce taux d'évaporation. En effet, si l'apport de titane est régulier, son évaporation ne l'est pas nécessairement car la fusion du métal est discontinue.

Cette fusion périodique de petites quantités de titane s'accompagne évidemment de dégazages et la pression que l'on obtient n'est pas stable. On a donc intérêt lors de la réalisation d'une pompe à titane, à porter toute la réserve de métal à une température voisine de la température de fusion. Tout le métal se trouve donc dégazé au début du pompage.

Le faible écart de température qui existe entre la réserve de titane et celui qui s'évapore permet d'obtenir une fusion et une évaporation beaucoup plus régulière du métal.

II-32 : Résultats obtenus avec un fil de tungstène utilisé comme support.

Si on enroule à spires jointives un fil de titane de 0,5 mm de diamètre sur un fil de tungsène de 0,8 mm et que l'on chauffe l'ensemble sous vide par passage d'un courant dans l'âme de tungsène, on observe les phénomènes suivants lorsque l'on augmente l'intensité du courant :

- 1°) Départ des matières organiques et des graisses apportées sur le filament par les manipulations.
- 2°) Dégazage progressif du fil de tungstène. Sa température est toujours au début du chauffage, beaucoup plus élevée que celle de la gaine de titane qui l'entoure. Sous l'effet de la dilation les spires de titane qui entourent le tungstène se relâchent.

Comme d'autre part le titane est recouvert d'oxyde, le contact électrique entre les deux métaux se fait mal et le titane ne participe pas à la conduction.

Si on porte le fil de tungstène à la température de fusion du titane, au contact des deux métaux, il se forme un alliage qui soude la spirale de titane sur le tungstène. Cette phase se voit très nettement car dès que la soudure entre les deux métaux est effectuée le titane qui était resté sombre devient incandescent.

On observe simultanément une augmentation brutale du courant qui traverse le filament. Avec les sections des fils indiqués précédemment l'intensité du courant passe de 45 à 55 Ampères. Cet accroissement de l'intensité correspond à une diminution de résistance qui est due à l'augmentation de la section de filament lorsque titane et tungstène se soudent.

II-33 : Application à la régulation d'une pompe à titane dans laquelle on peut régler facilement le taux d'évaporation

Lors de la fabrication du filament précédent, si on prend la précaution de ne pas enrouler le titane sur toute la longueur du tungstène et que l'on branche le filament dégazé de la manière indiquée sur la figure (2-3), lorsque l'on fait passer le

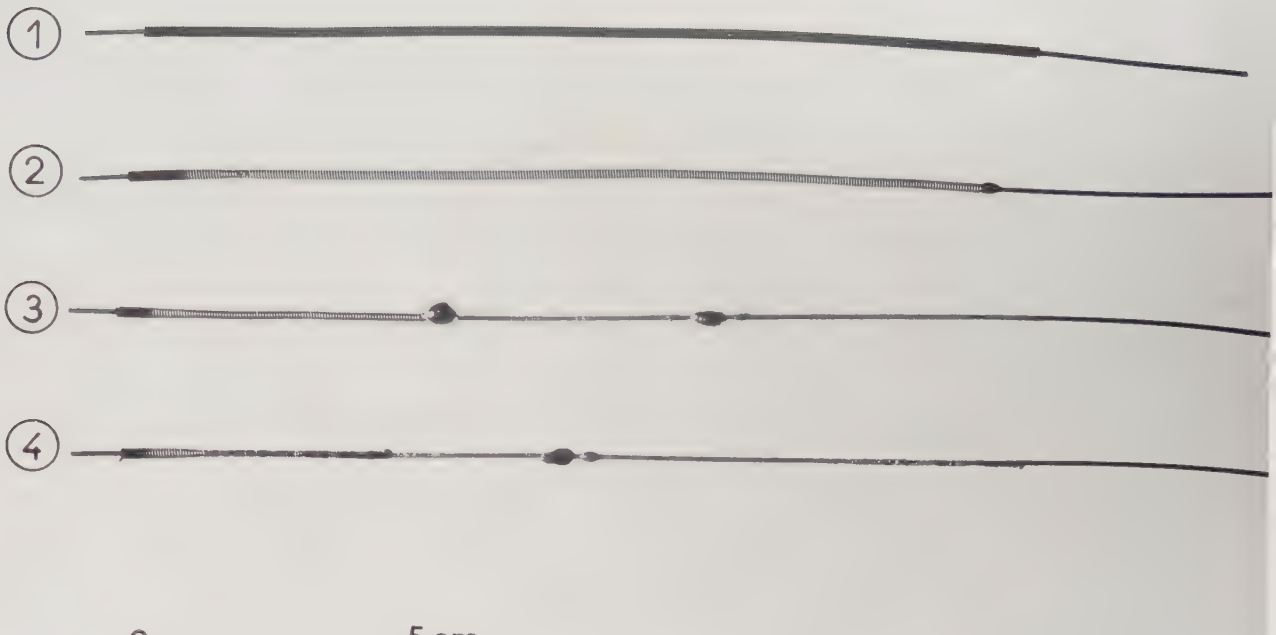


figure : 2.2

1 FILAMENT NON DEGAZE
2 FILAMENT DEGAZE
3 FILAMENT EN FONCTIONNEMENT
4 FILAMENT EPUISE

FIGURE 2_2

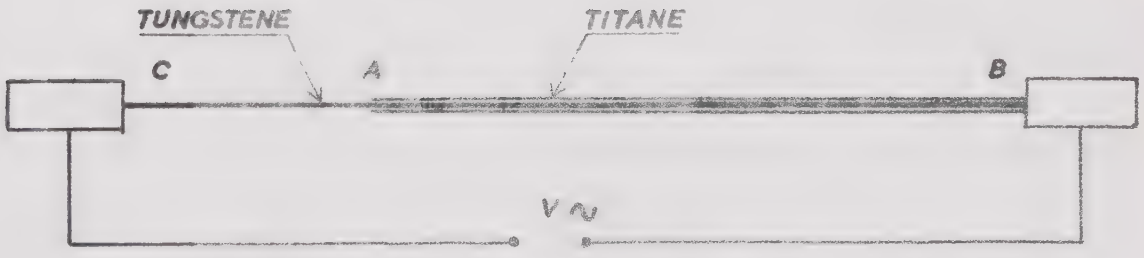


FIGURE 2_3

courant, les deux portions AB et AC se comportent différemment.

Elles sont traversées par le même courant. Comme elles ont des sections différentes, leurs températures respectives sont également différentes, celle de AC étant plus élevée. En choisissant convenablement les diamètres des fils de tungstène et de titane et en réglant le courant qui traverse l'ensemble, la partie AC du filament peut se trouver portée à une température supérieure à la température d'évaporation du titane alors que la partie AB reste à une température inférieure à la température de fusion du titane.

Il existe donc dans la partie A une zone de transition ou le titane passe de l'état solide à l'état vapeur. Dans cette zone, on observe toujours en cours de fonctionnement une goutte de titane fondu à la partie supérieure de l'enroulement.

L'évaporation du métal se fait au sommet de la goutte, au contact de la partie rétrécie du filament.

La spirale de titane s'évapore donc progressivement la fusion du métal se faisant d'une manière absolument continue.

Le filament étant dégazé, le titane commence à s'évaporer lorsque l'intensité est de 50 ampères. Dans ce cas là le taux d'évaporation est très faible, on évapore environ 10 mg à la minute. En augmentant l'intensité jusqu'à 60 ampères, le taux d'évaporation augmente parallèlement.

Au dessus de 60 Ampères, la fusion du titane devient irrégulière. En effet, à cette intensité l'ensemble du filament est porté à une température voisine de la température de fusion du titane. Il se forme alors plusieurs gouttes le long du filament. Si on augmente la température de ce dernier, l'ensemble du titane fond et coule le long du fil de tungstène. Il s'accumule alors au voisinage de la fixation inférieure du filament ou la température n'est pas suffisante pour permettre son évaporation.

II-34 : Réalisation pratique de la pompe à titane

Les essais d'évaporation de titane sur un filament de tungstène ont été faits dans l'enceinte de travail pour permettre l'observation du phénomène par le hublot. Pour réaliser la pompe à titane, il me fallait placer ce filament dans l'espace compris

entre la platine et la vanne.

C'est évidemment la géométrie de la zone utilisable qui a imposé à la pompe sa forme définitive.

Cette pompe devait alors être placée dans un cylindre vertical de 230 mm de diamètre et d'environ 280 mm de hauteur. Les accessoires destinés à la fixation du filament ainsi que les écrans, doivent empêcher le titane de se déposer sur le piège à azote liquide ou dans l'enceinte de travail. Ils doivent présenter une surface minimum de façon à ne pas trop diminuer le débit de la pompe à diffusion lors du pompage préliminaire, ou lorsque le groupe est utilisé pour des évaporations ne nécessitant pas un vide meilleur que 5.10^{-6} mm Hg.

Lors du fonctionnement de la pompe à titane, tous ces éléments sont exposés au rayonnement intense du filament. Leur échauffement est tel qu'après une demi-heure de fonctionnement leur température atteint une valeur suffisante pour que les dégazages qui en résultent annulent complètement l'effet de la pompe à titane.

Il fallait donc que tous ces accessoires soient situés et réalisés de façon à pouvoir être refroidis facilement.

Dans le cylindre disponible, le filament pouvait se placer suivant un diamètre ou suivant l'axe. J'ai essayé les deux solutions. La première présentait un certain nombre d'inconvénients qui m'ont obligé à l'abandonner ; c'est la seconde réalisation que j'ai finalement adoptée.

II-34,1 : Essais avec un filament horizontal (figure 2-4)

Ce système présentait un certain nombre d'inconvénients :

1°) Le filament étant fixé rigidement par manque de place à ses deux extrémités, les allumages et extinctions successives conduisaient rapidement à sa rupture à cause des déformations dues à la dilatation et au retrait.

2°) Le cache devant empêcher le titane de se déposer sur la vanne et sur le piège à azote liquide était suspendu sous le filament, il était donc pratiquement impossible de le refroidir.

3°) Avec ce procédé, les extrémités du filament se trouvaient au voisinage de la paroi de la platine, il en résultait dans ces zones

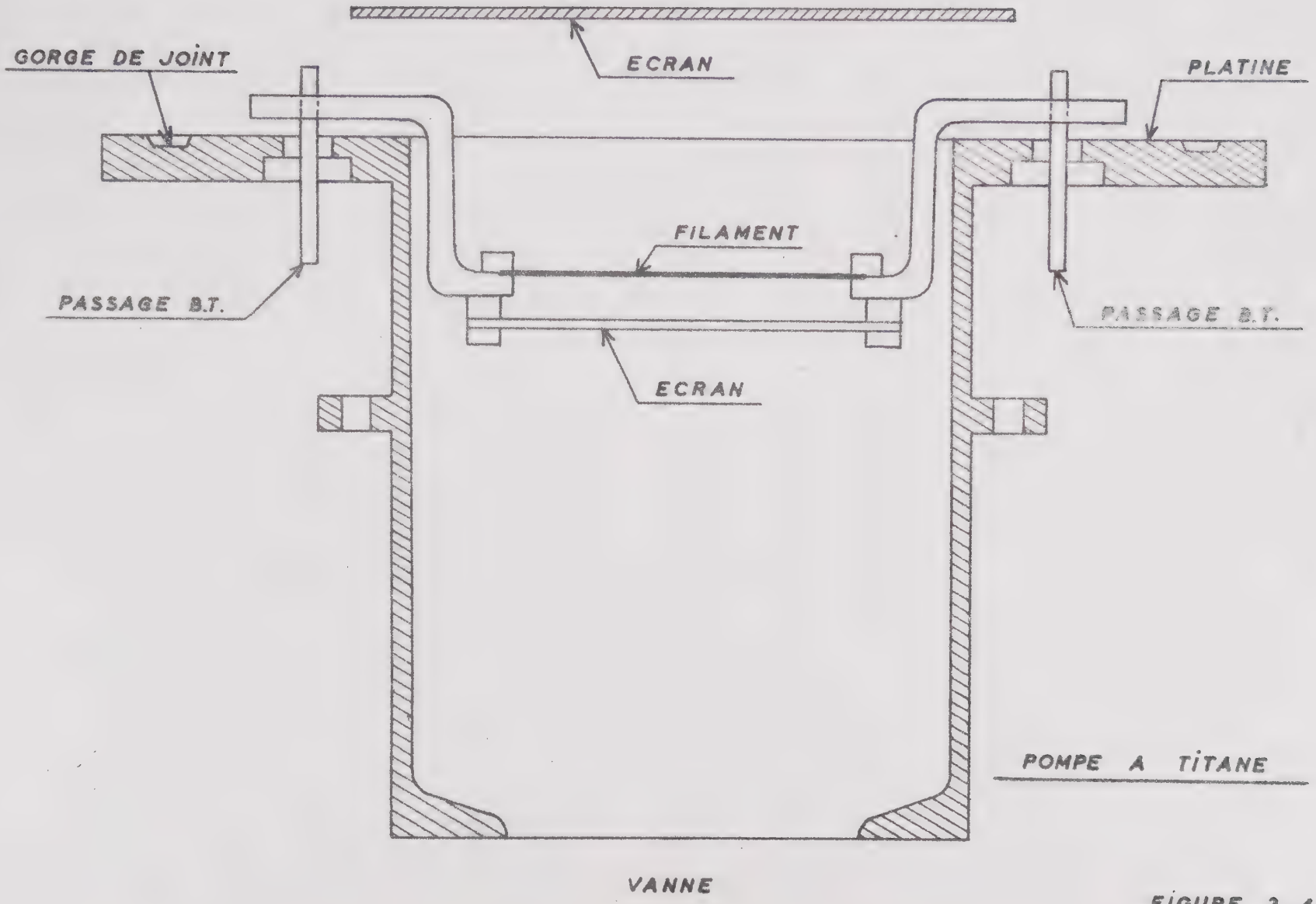

GORGE DE JOINT
ECRAN
PLATINE
FILAMENT
PASSAGE B.T.
PASSAGE B.T.
ECRAN
POMPE A TITANE
VANNE

FIGURE 2_4.

un échauffement important.

4°) la position de ce filament à la partie supérieure de la pompe à titane ne permettait pas d'utiliser au mieux le volume et la surface disponibles pour la réalisation de cette pompe.

5°) La disposition des passages sur la platine m'a obligé pour amener le courant aux extrèmités du filament, à utiliser deux barres de cuivre coudées d'environ 15 cm de longueur chacune. Etant donnée la longueur de ces barres, il était très difficile de les refroidir de l'extérieur.

Pour ces différentes raisons, je n'ai pas cru devoir retenir cette disposition, et j'ai procédé à de nouveaux essais en disposant le filament suivant l'axe de la paroi cylindrique sur laquelle le titane doit se condenser

II-34,2 : Essais avec un filament vertical

Ce dispositif à l'avantage de placer le filament à la plus grande distance possible des parois sur lesquelles le titane se condense.

L'échauffement de ces parois par le rayonnement du filament se trouve donc diminué au maximum.

Description du système :

Fixation du filament (voir figure 2-5)

La partie inférieure du filament qui se trouve immédiatement au dessus de la vanne papillon, est mise à la masse. Un collier extensible en barre de cuivre de (40 x 6 mm) supporte une traverse de même section sur laquelle est doudé un écran circulaire dont le diamètre a été choisi pour que la vanne se trouve entièrement à l'abri des projections de titane. Le collier est appliqué fortement sur la paroi interne de la pompe assurant ainsi un bon contact électrique et thermique.

Au centre de cet écran un mandrin à quatre mors permet de fixer rapidement le filament.

La section des barres de cuivre utilisées pour la réalisation du collier et de la traverse a une valeur suffisante pour assurer l'évacuation des calories vers les parois de la pompe (figure 2-5).

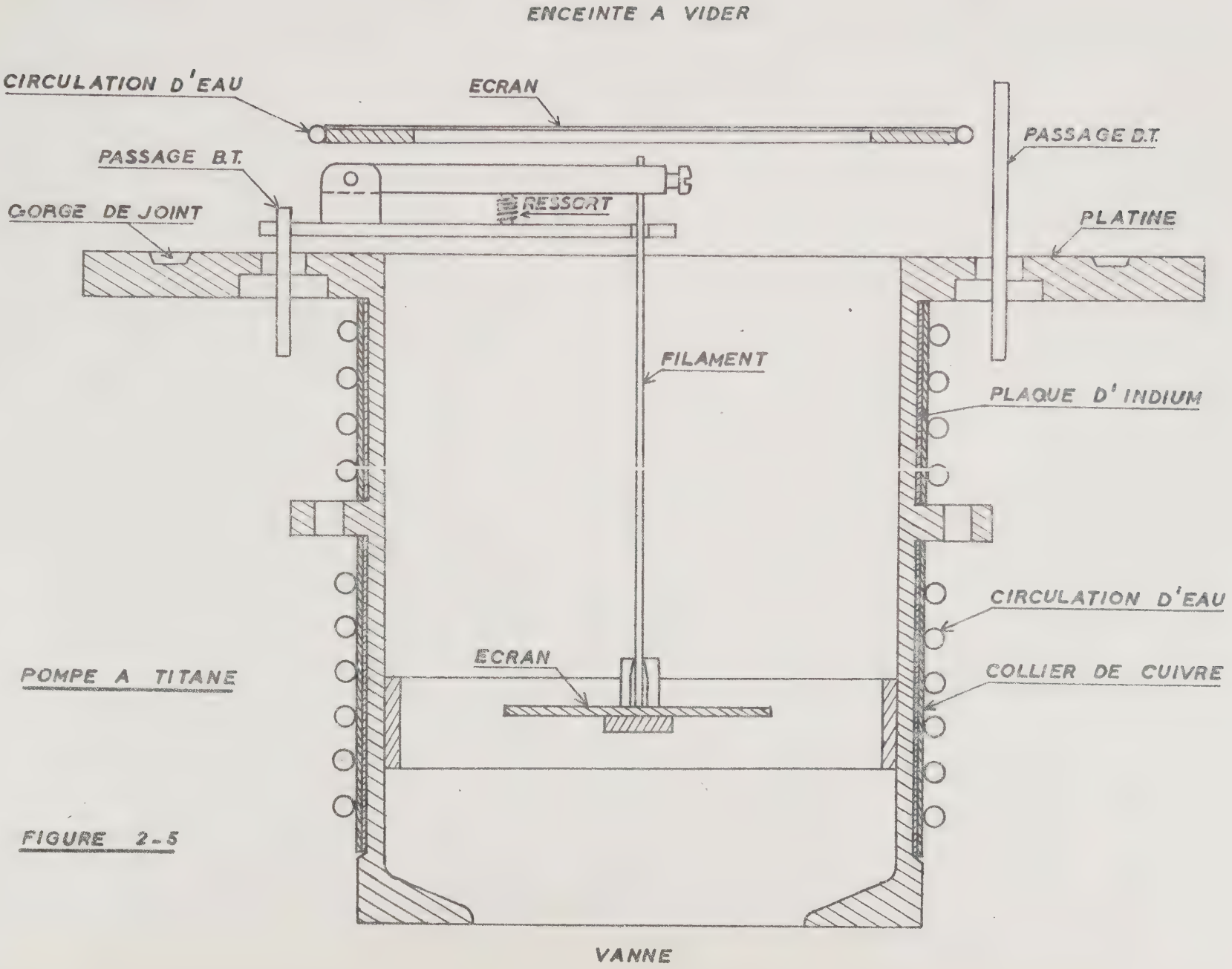

ENCEINTE A VIDER
CIRCULATION D'EAU
ECRAN
PASSAGE D.T.
PASSAGE B.T.
RESSORT
GORGE DE JOINT
PLATINE
FILAMENT
PLAQUE D'INDIUM
CIRCULATION D'EAU
ECRAN
COLLIER DE CUIVRE
POMPE A TITANE
VANNE

FIGURE 2-5

Pour éviter toute contrainte pouvant amener la rupture du filament celui-ci étant fixé rigidement à sa partie inférieure, la fixation de l'autre extrémité devait pouvoir compenser ses allongements et raccoursissements lors des chauffages et des refroidissements successifs. (figure 2-5).

Un deuxième écran devait également isoler la pompe à titane de l'enceinte de travail pour éviter la pollution des couches minces.

Cet écran devait être amovible pour permettre le changement de filament. La surface importante de cet écran et sa position à la partie inférieure de l'enceinte de travail m'ont obligé à le refroidir énergiquement.

En effet, lors des essais, j'ai constaté que c'était l'échauffement important de cet écran qui limitait l'amélioration du vide.

Pour satisfaire toutes ces conditions, j'ai réalisé cet écran en deux parties de la façon suivante :

- une collerette en cuivre de 5 mm d'épaisseur refroidie par une circulation d'eau pénétrant dans l'enceinte par une électrode de masse inutilisée;
- une plaque de cuivre sérrée sur la collerette par huit boulons.

La pompe à titane ainsi réalisée avait un fonctionnement satisfaisant pendant environ une demi-heure, temps au bout duquel l'échauffement des parois de la platine provoquait des dégazages suffisants pour que l'effet du titane soit complètement annulé.

J'ai donc réalisé deux manchons de cuivre refroidis également par une circulation d'eau et appliqué fortement sur la paroi extérieure de la platine. Afin d'assurer un meilleur contact thermique entre ces deux éléments, j'ai intercalé entre eux une feuille d'indium.

Après la mise en oeuvre de ce dispositif, je n'ai plus constaté d'échauffement suffisant pour nuire au bon fonctionnement de la pompe, ceci quelle que soit la durée du pompage.

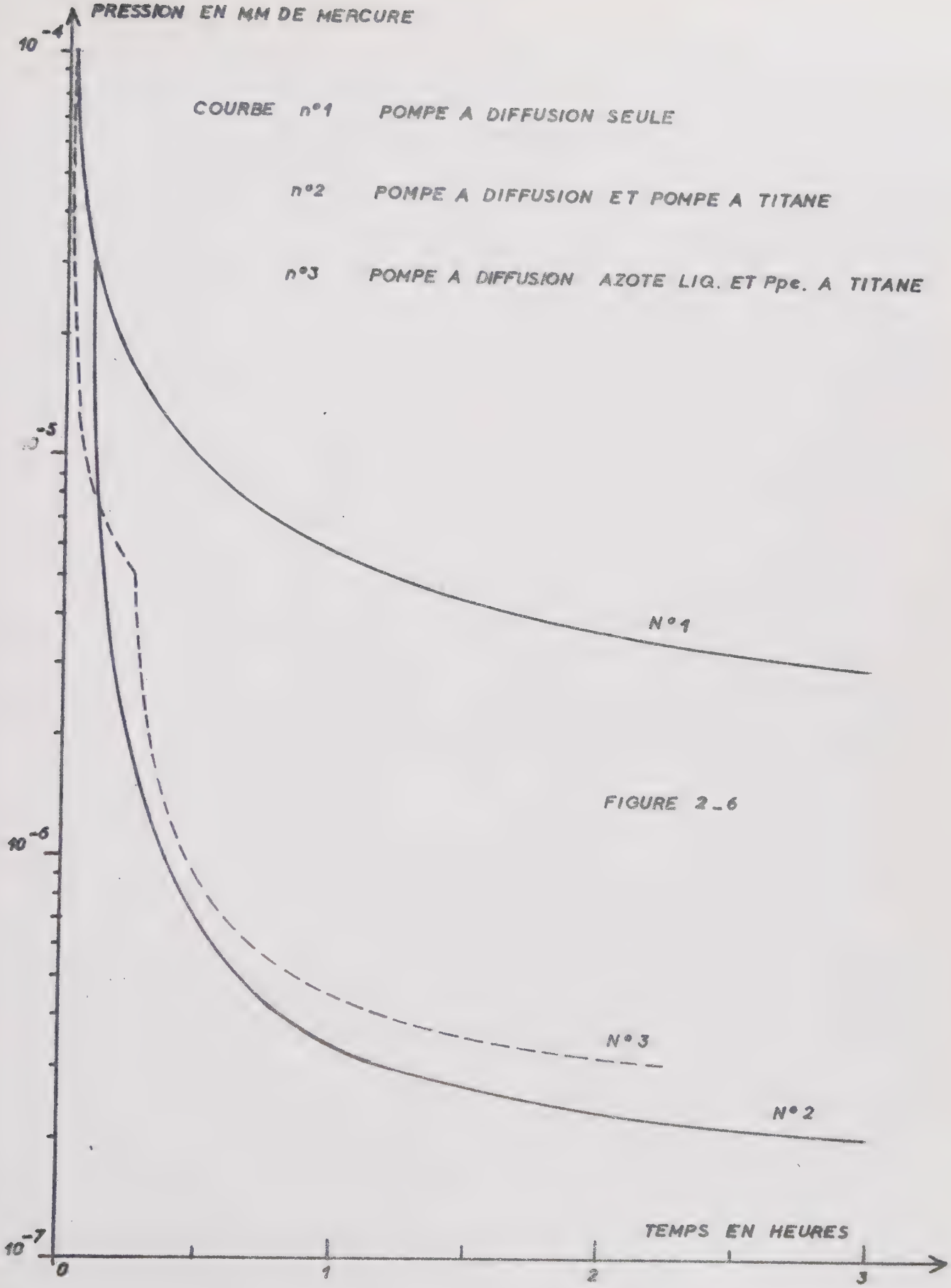

PRESSION EN MM DE MERCURE
10 -4
10 -5
10 -6
10 -7
COURBE n°1 POMPE A DIFFUSION SEULE
n°2 POMPE A DIFFUSION ET POMPE A TITANE
n°3 POMPE A DIFFUSION AZOTE LIQ. ET Ppe. A TITANE
N°1
N°3
N°2
TEMPS EN HEURES
0
1
2
3

FIGURE 2_6

II-35 : Résultats

Avec la pompe à titane ainsi réalisée, j'ai obtenu les résultats suivants : (figures 2-6).

1°) Avec le groupe de pompage fonctionnant sans la pompe à titane et sans azote liquide dans le piège : on obtient en 2 heures une pression de $3,7.10^{-6}$ mm Hg, et un vide limite de $2,5.10^{-6}$ mm Hg.

2°) Dans les mêmes conditions que précédemment avec de l'azote liquide dans le piège, la vitesse de pompage est augmentée et on obtient une pression de $2,8.10^{-6}$ mm Hg en 1 heure, le vide limite étant de 2.10^{-6} mm Hg.

3°) Avec la pompe à titane mise en route à partir d'une pression de 5.10^{-5} mm Hg on obtient une pression de 2.10^{-7} mm Hg en 2 heures. Le vide limite obtenu étant de $1,2.10^{-7}$ mm Hg.

Je n'ai pas constaté d'amélioration en ajoutant de l'azote liquide dans le piège pendant le fonctionnement de la pompe à titane. Au contraire, les pressions limites obtenues ont toujours été supérieures aux chiffres indiqués précédemment.

Les pressions indiquées ont été mesurées dans l'enceinte à l'aide d'une jauge à ionisation Bayard-Alpert inversée, la mesure du courant d'ionisation étant faite avec un coffret de jauge "Veeco".

II-4 : CONCLUSION

L'introduction de cette pompe à titane dans le système de pompage m'a donc permis de diviser par 15 environ la pression limite dans l'enceinte de travail et ceci sans modification de la durée du pompage.

On voit également sur la figure (courbes) que les évaporations nécessitant un vide de l'ordre de 10^{-6} mm Hg peuvent se faire après environ une demi-heure de pompage, ce qui permet de gagner un temps considérable, par rapport à l'ancien groupe de pompage il faut en effet 4 à 5 fois moins de temps avec la pompe à titane pour obtenir 2.10^{-6} mm Hg en partant de la pression donnée par la pompe à palettes.

Sur ce groupe tous les joints utilisés, sont des joints toriques en néoprène. Ce sont les dégazages importants dû à ces joints qui fixent le vide limite que j'ai obtenu dans le groupe. Le remplacement du "néoprène" par le "viton" permettrait certainement une amélioration du vide limite à cause de la plus faible tension de vapeur de ce matériau nouveau.

BIBLIOGRAPHIE
CHAPITRE II

- HERB, DAVID et SAXON - Evapor ion pump , The Phys.Rev. 1953,89, p. 897 et Phys.Rev. U.S.A. 1954, 93,p. 926
- DAVIS et DIVATIA, Rev.Sci.Instrum. 1954, 25, n°12, p. 1193
- HOLLAND, LAURENSON, HOLDEN, Nature, G.B. 1958, 182, 851
- MULLER, Le Vide, Fr., 1959, N° 82
- THOMAS et VAN STEENBRUGGHE, Le Vide,Fr., 1958, N° 76
- HUBER et Monique WARNECKE, Le Vide,Fr., 1958, N° 74
- JEPSEN - Le vide, fr., Mars-avril 1959, n° 80
- HOLLAND - J.of.Scient.Instrum. march 1959, Vol. 36.
- WARNECKE M. - Instrum.et lab.Fr., 1961, N° 15, 15-34
- STOW R.L , Nature, suppl. G.B. 1959, 184, n°8, p.542
- SCHRAM A. - 1er congrès international techniques du vide, Namur 1958, pergamon Press.
- BAILLEUL-LANGAIS Mme J. - 1er Congrès international techniques du vide, Namur 1958, Pergamon Press.
- HOLLAND L. LAURENSON L. Brit.J.appl.Phys. 1960, 11, N° 9, 401
- WARNECKE M. HOUTOU P.C. - Le Vide, Fr., 1960, 15, N° 85, 41
- HOLLAND L. LAURENSON L. Le Vide, Fr., 1959, 14, N° 81, 141
- DEGRAS D.A. Le Vide, Fr., 1959, 14, N° 81, 128, 140
- THOMAS E., Le Vide., Fr., 1956, 11, N° 63, P. 88
- STOUT V.L. GIBBONS M.D., J.Appl.Phys. U.S.A. 1955, 26, N° 12,1488
- LARRABEE R.D. Quarterly Progress Report, 1956, 15 july p. 4
- G.KIENEL, A.LORENZ, A getter ion pump for technical purposes. Fiche technique Heraeus

CHAPITRE III

PREPARATION DES COUCHES MINCES D'ANTIMONIURE D'INDIUM PAR EVAPORATION SOUS VIDE

PREPARATION DES COUCHES MINCES D'ANTIMONIURE D'INDIUM PAR EVAPORATION SOUS VIDE

III-1 : DIFFERENTES METHODES POSSIBLES POUR LA PREPARATION DE COUCHES MINCES D'ANTIMONIURE D'INDIUM

III-11 : Evaporation du Composé InSb

En chauffant de l'InSb cristallisé dans un creuset de molybdène, on observe lorsque l'on augmente progressivement la température :

- la fusion du composé vers 600°C qui se met en sphère dans le fond du creuset ;
- vers 750°C le volume d'InSb contenu dans le creuset diminue jusqu'à une certaine limite. A partir de cet instant on n'observe plus d'évaporation.
- Pour évaporer le corps restant dans le creuset on est obligé de porter celui-ci à une température beaucoup plus élevée et l'intensité du courant nécessaire pour produire son évaporation correspond à celle que l'on doit utiliser pour évaporer de l'indium dans ce même creuset.

Il se produit donc une dissociation du composé lorsqu'on le chauffe sous vide, l'antimoine s'évaporant le premier. La couche mince obtenue par cette méthode est donc formée d'une couche d'antimoine et d'une couche d'indium.

Il serait certainement possible d'obtenir une couche mince plus homogène en utilisant la méthode d'évaporation des poudres ce qui consisterait dans ce cas à faire tomber de l'InSb pulvérisé sur une lame de tungstène ou de molybdène portée à une température supérieure à la température d'évaporation de l'indium. Cette méthode n'empêcherait certainement pas la dissociation du composé, elle aurait cependant l'avantage de donner une couche dans laquelle l'antimoine et l'indium seraient intimement mêlés.

L'utilisation d'un canon à électrons permettrait certainement d'obtenir des résultats analogues à ceux obtenus par la méthode précédente, à cause de la température élevée qui règne au point d'impact du faisceau. Elle aurait en outre l'avantage de supprimer les risques de pollution du composé par les impuretés provenant du creuset.

III-12 : Evaporation simultanée des deux constituants

L'évaporation simultanée de l'indium et de l'antimoine à partir d'un même creuset est pratiquement impossible. La tension de vapeur de l'indium vers 1 000°K, température à laquelle l'antimoine s'évapore est très faible.

L'écart considérable qui existe entre les tensions de vapeur des deux métaux pour des températures identiques rend donc cette méthode inutilisable.

J'ai essayé d'évaporer simultanément l'indium et l'antimoine à partir de creusets distincts.

Il est relativement facile de contrôler l'évaporation de l'indium ; les températures de fusion et d'évaporation de ce métal étant éloignées l'une de l'autre, on peut très facilement en réglant l'intensité du courant qui passe dans le creuset de molybdène, régler le taux d'évaporation. Pour l'antimoine, par contre, la fusion et l'évaporation sont des phénomènes difficilement reproductibles, bien que j'ai toujours utilisé le même creuset. Pour provoquer la fusion de l'antimoine, on est souvent obligé de porter le creuset à une température nettement supérieure à la température d'évaporation de ce métal, donc, lorsque la fusion se produit elle est en général suivie d'une évaporation très rapide du métal contenu dans le creuset.

A cause des difficultés rencontrées dans le contrôle du taux d'évaporation de l'antimoine, j'ai dû abandonner cette méthode d'évaporation simultanée à partir de creusets différents.

III-13 : Evaporation séparée de l'indium et de l'antimoine

La dernière méthode que l'on peut utiliser consiste à évaporer séparément l'indium puis l'antimoine. On obtient ainsi deux couches superposées. Un recuit assure ensuite la diffusion des deux métaux et la formation du composé si la température est suffisamment élevée.

III-14 : Conclusion

C'est finalement la dernière méthode indiquée que j'ai adoptée. La suite de ce chapitre sera donc consacrée à la description détaillée de la préparation des couches minces d'antimoniure d'indium par cette méthode.

III-2 : TECHNIQUES D'EVAPORATION DE L'INDIUM ET DE L'ANTIMOINE

III-21 : Evaporation de l'indium

Le creuset utilisé pour évaporer l'indium est constitué par une plaque de molybdène de 70 x 14 x 0,25 mm (figure 3-1), la forme adoptée pour ce creuset est destinée à éviter les déformations par dilatation de façon que la distance entre le creuset et la couche mince en formation reste bien constante. La calotte sphérique emboutie au centre de la lame de molybdène reçoit le métal à évaporer. Le creuset est chauffé par effet Joule.

Lorsque l'on augmente progressivement l'intensité du courant qui chauffe le creuset, l'indium fond puis d'étale au sommet de la calotte sphérique (figure 3-2). L'évaporation du métal se produit lorsque l'intensité du courant est de l'ordre de 125 A. Pour cette intensité le taux d'évaporation est inférieur à 1 mg/sec.

Pour tracer la courbe donnant la masse de métal condensé sur une surface donnée et à une distance déterminée du creuset, j'ai opéré de la façon suivante :

- une lamelle couvre objet est placée derrière un cache dont l'ouverture délimite une surface de 2,54 cm^2. Cette lamelle témoin se trouve à 22 cm du creuset. La masse de métal condensé sur cette

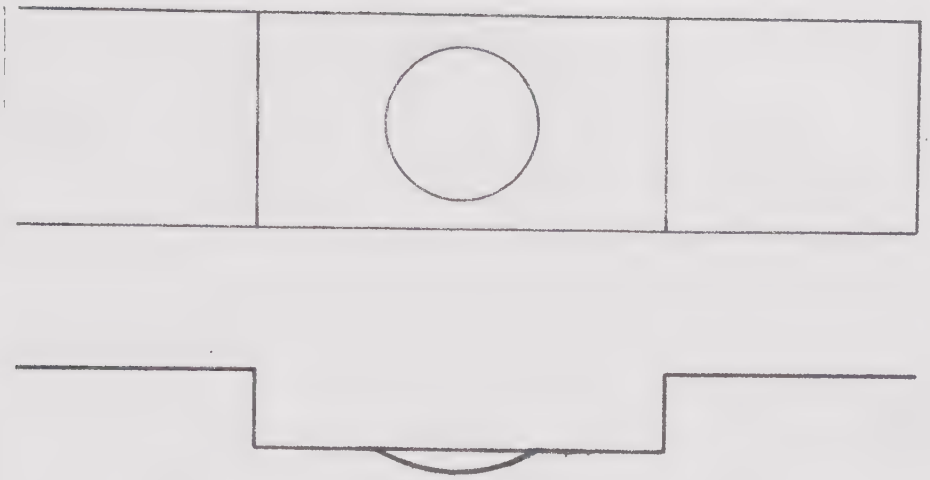


FIGURE 3_1

FIGURE 3_2

FIGURE 3_3

surface de 2,54 cm^2 est déterminée par pesée avant et après évaporation.

En portant en abscisses les masses de métal évaporées et en ordonnées les masses recueillies correspondantes on obtient pour l'indium la courbe 1 de la figure 3-4.

Les points sont situés sur une droite passant par l'origine. Les écarts maxima que l'on observe sont de 2 à 3 %.

Ces écarts sont dus au fait que l'indium fondu occupe une surface variable, d'une évaporation à l'autre, dans le fond du creuset. La surface à partir de laquelle se fait l'évaporation du métal n'étant pas constante, il en est de même de la concentration de l'indium dans le cône de vapeur.

Pour cette raison, on ne peut prévoir la masse que l'on recueillera qu'à 2 ou 3 % près.

III-22 : Evaporation de l'antimoine

J'ai utilisé pour évaporer l'antimoine les mêmes creusets que pour l'indium (figures 3-1).

L'intensité du courant nécessaire pour faire fondre de l'antimoine dans de tels creusets est comprise entre 96 et 100 A.

Lorsque la fusion se produit, la température du creuset est en général suffisante pour provoquer l'évaporation du métal. Le taux d'évaporation varie entre 2 et 5 mg/sec. suivant la température du creuset.

Comme précédemment pour l'indium si on porte en abscisse les masses de métal évaporées et en ordonnée les masses de métal recueillies sur le témoin on obtient la courbe 2 de la figure 3-4. Les points obtenus sont beaucoup plus disséminés que pour l'indium et les écarts que l'on observe peuvent atteindre 10 %.

III-3 : DETERMINATION DES EPAISSEURS

III-31 : Méthodes de détermination des épaisseurs

Pour les deux métaux la détermination de l'épaisseur de la couche se fait par pesée.

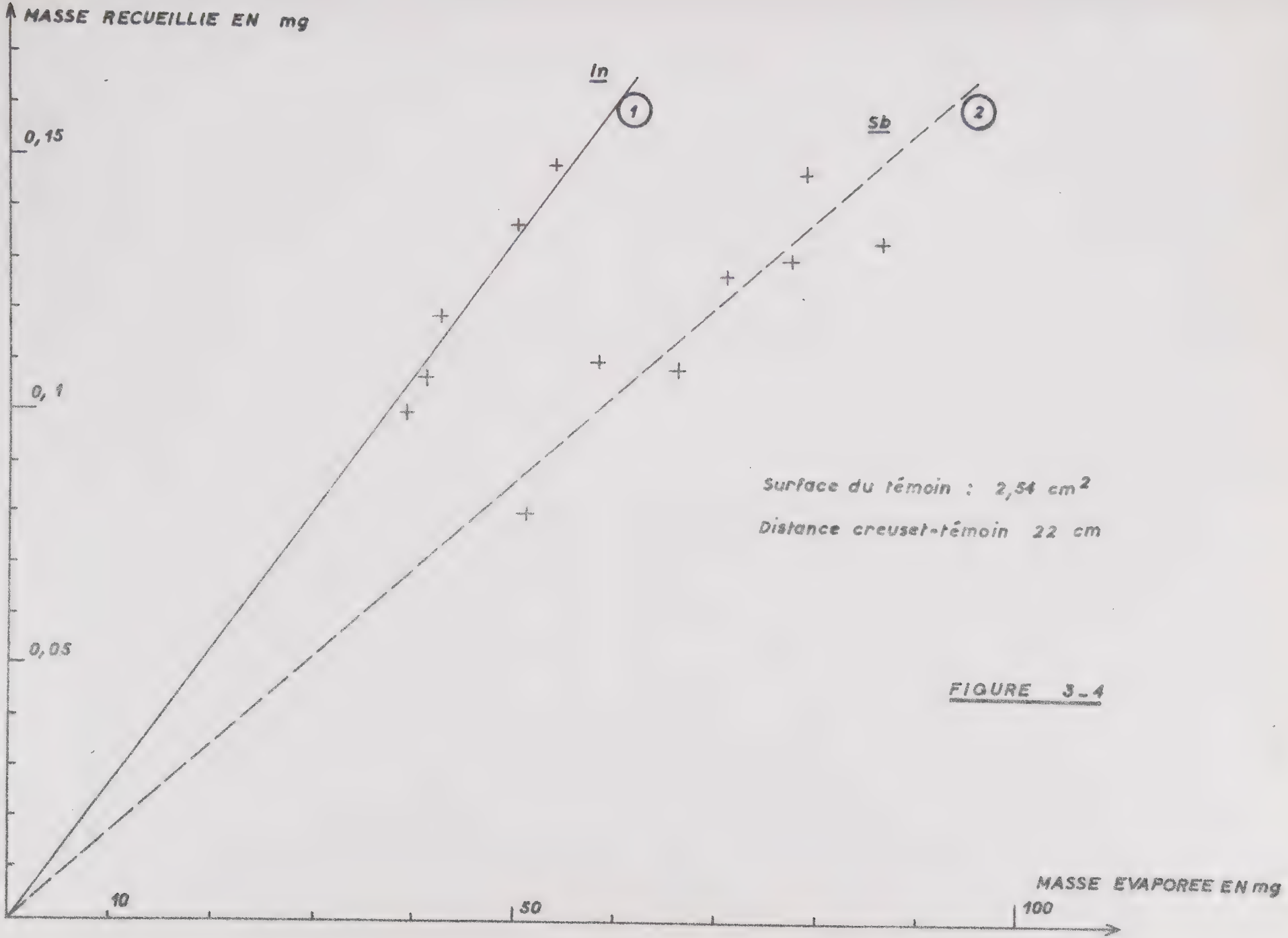

MASSE RECUEILLIE EN mg
In
1
Sb
2
0,15
0,1
0,05
Surface du témoin : 2,54 cm²
Distance creuset-témoin 22 cm
10
50
100
MASSE EVAPOREE EN mg

FIGURE 3-4

Une lamelle témoin est placée derrière un cache dans lequel est percée une ouverture circulaire de 0,9 cm de rayon c'est-à-dire que le métal se condense sur une surface de 2,54 cm^2. Cette lamelle témoin est placée au voisinage du support de la couche mince et à la même distance que celui-ci, du creuset.

Cette lamelle est pesée avec précision avant et après évaporation.

En admettant que la densité du métal est la même en massif et en couche mince, on peut ainsi déterminer l'épaisseur de la couche.

Les lamelles témoin utilisées sont des lames couvre-objets pour préparation microscopique. Leurs masses varient entre 120 et 150 mg, et sontdéterminées à 2 microgrammes près. Les masses de métal recueillies sur ces lamelles sont de l'ordre de 100 microgrammes pour les épaisseurs que j'ai étudiées. Le temps qui sépare les deux pesées permettant de déterminer cette masse, étant en général de plusieurs heures, il est difficile d'obtenir une erreur absolue inférieure à 5 microgrammes.

III-32 : Différences observées entre l'indium et l'antimoine.

On constate sur la figure 3-4 que si on évapore des masses identiques d'indium et d'antimoine à partir des creusets décrits au paragraphe III-21, on recueille sur la lamelle témoin des masses différentes de métal condensé.

Cela est dû au fait que les surfaces à partir desquelles les métaux s'évaporent sont différentes pour l'indium et l'antimoine. L'indium fondu s'étale dans le fond du creuset, l'évaporation de ce métal se fait donc à partir d'une calotte sphérique dont la surface est sensiblement constante au cours de l'évaporation (figure 3-2).

L'antimoine fondu s'accumule sous la forme d'une petite sphère dans le fond du creuset. Il en résulte que les angles du cône de vapeur sont différents pour les deux métaux ce qui explique l'écart entre les droites 1 et 2.

III-33 : Application à la préparation de couches minces ayant la composition stoechiométrique. Ecarts

Pour préparer le composé InSb, à partir de l'indium et de l'antimoine, il faut le même nombre d'atomes de chaque métal.

Si on évapore une masse M_1 d'indium, on recueille une masse m_1 de ce même métal. Pour avoir le même nombre d'atomes d'antimoine, il faut déposer sur l'indium une masse m_2 d'antimoine telle que m_2 / m_1 = rapport des masses atomiques des deux constituants.

m_1 étant déterminé par pesée après évaporation de l'indium, on en déduit $m_2 = m_1 \times 1{,}0609$.

Connaissant maintenant la masse d'antimoine devant se condenser sur la lame on en déduit (figure 3-4, courbe 2) la masse de métal à évaporer.

Pratiquement, il est très difficile d'obtenir des lames ayant exactement la composition stoechiométrique.

L'indium devant être évaporé le premier, pour que l'on ait une bonne adhérence de la couche mince sur le support de pyrex, il faudrait pouvoir déposer sur cette couche d'indium une masse déterminée d'antimoine, ceci avec autant de précision que possible. Or, c'est précisément l'évaporation de l'antimoine qui est la plus difficile à contrôler, et c'est pour ce métal que l'on observe les écarts les plus grands par rapport à la droite idéale (figure 3-4).

Les écarts que l'on observe par rapport à la composition stoechiométrique sont donc les mêmes que ceux que l'on observe lors de la prévision de l'épaisseur d'une couche d'antimoine. Ces écarts restent dans tous les cas inférieurs à 10 %.

L'indium et l'antimoine fournis par la Maison Johnson-Matthey ne contiennent que 0,0005 % d'impuretés.

III-4 : PREPARATION DU COMPOSE InSb PAR RECUIT A PARTIR DE LA COUCHE MINCE HETEROGENE EVAPOREE SUIVANT LA TECHNIQUE PRECEDENTE

Pour préparer une couche mince d'InSb, à partir de la couche double d'indium et d'antimoine obtenue par la méthode précédente, il faut assurer la diffusion des deux métaux l'un dans

l'autre et ensuite former le composé InSb.

III-41 : Diffusion

La diffusion des deux métaux s'obtient rapidement. Pour des couches de 500 Å, P. Michel signale qu'après une heure de chauffage à 100° la phase InSb est formée.

L'étude de l'évolution de la résistivité de la lame au cours de recuit (Launey) montre qu'à partir de 150°C la lame subit une transformation irréversible avec changement de signe du coefficient de température. Jusqu'à 150°C le coefficient est positif.

III-42 : Recuit

III-421 : Nécessité d'enfermer la lame dans deux couches de SiO

Les couches minces précédentes sont déposées sur un barreau de pyrex de 4 x 4 x 60 mm, poli optiquement. Les études antérieures faites sur ce composé montrent que l'effet Hall est négligeable si la température de recuit est inférieure à 350°C. Si on fait subir à la lame un recuit prolongé à une température supérieure à 350°C, il se produit une évaporation progressive de l'antimoine. Pour éviter cet inconvénient les deux couches précédentes sont évaporées entre deux couches de monoxyde de Silicium (SiO). Cette précaution assure une meilleure tenue de la lame sur son support et empêche l'évaporation de l'antimoine lors des recuits à haute température.

Donc, en résumé, la préparation d'une couche mince d'antimoniure d'indium comprend :

- Nettoyage soigné du support par les vapeurs nitreuses, rinçage à l'eau bi-distillée et séchage sous vide.
- Dépôt d'une couche de monoxyde de silicium sur le support par une évaporation sous vide d'un cristal de SiO chauffé dans un creuset de tantale.
- Dépôt de la couche d'indium
- Dépôt de la couche d'antimoine
- Dépôt d'une nouvelle couche de monoxyde de silicium.

III-422 : Description du four

Nous avons vu précédemment qu'il fallait recuire les lames à une température supérieure à 350°C pour obtenir un effet Hall important. Pour cela, j'ai réalisé un four sous vide ou la température de la lame serait déterminée avec précision (figure 3-5).

Le support de la lame est placé dans une rainure taillée dans un cylindre de cuivre dont la longueur est plus de deux fois supérieure à la longueur du support. Les dimensions de la rainure sont telles que le support s'y engage à frottement doux, ce qui assure un bon contact thermique entre le support et le cylindre de cuivre. Ce cylindre est réalisé en deux parties pour faciliter l'introduction du barreau de pyrex. Le couvercle est serré sur la partie inférieure -dans laquelle est taillée la rainure- par six vis.

Le support est placé dans la rainure de sorte que la couche mince se trouve à égale distance des deux extrèmités du cylindre.

Cet ensemble destiné à l'uniformisation de la température autour de la lame est placé dans un élément chauffant constitué de la façon suivante (figure 3-5) : un ruban de nickel-chrome est bobiné sur un tube d'alumine. L'ensemble est noyé dans du ciment réfractaire et protégé mécaniquement à l'extérieur par un tube de cuivre mince.

Le four est placé dans une enceinte ou la pression reste inférieure à 5.10^{-6} mm Hg quelque soit la température du four, inférieure à 550°C.

III-423 : Mesure de la température

La température de la lame est déterminée à l'aide d'un thermo-couple Chromel-Alumel dont la soudure est appliquée sur l'extrémité du barreau de pyrex (figure 3-5).

La tension fournie par le thermo-couple est enregistrée sur un potentiomètre enregistreur Philips étalonné pour ce type de couples.

COUPE DU FOUR SOUS VIDE

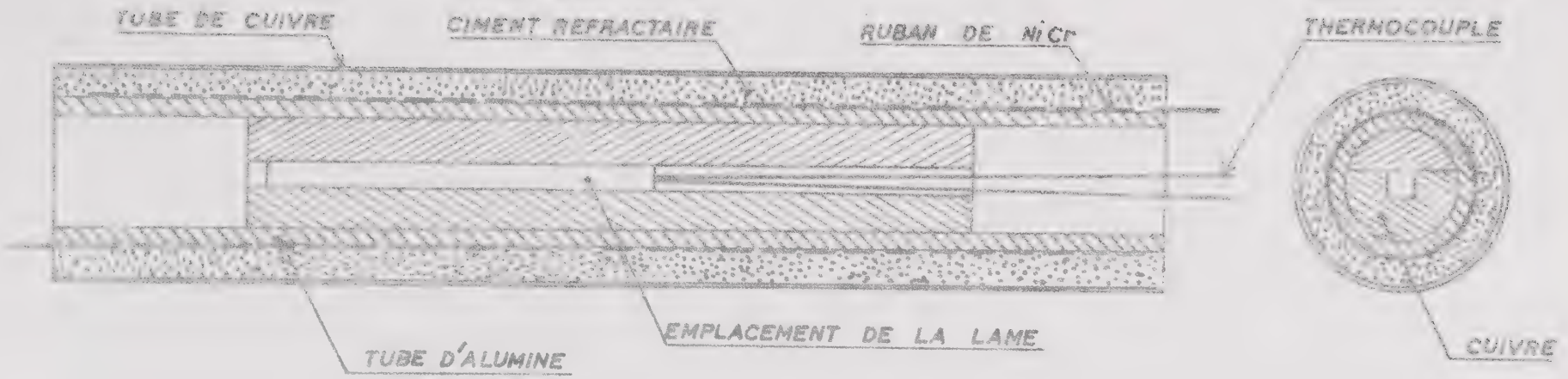


FIGURE 3_5

Echelle : 1

III-424 : Régulation de la température

Le potentiomètre enregistreur précédent sert également à réguler la température. Associé à deux relais à quatre pôles et deux alternostats permettant de régler le chauffage et le refroidissement du four, il maintient la température dufour à une valeur donnée. (figure 3-6).

III-5 : FORMES ADOPTEES POUR LA LAME DANS LE CAS PARTICULIER DE LA MESURE DE L'EFFET HALL (figure 3-7)

III-51 : Forme de la lame

Nous avons vu au chapitre 1 que le rapport L/l devait être au moins égal à quatre si on voulait recueillir intégralement la tension de Hall.

J'ai donc donné à la couche mince InSb la forme d'un rectangle dont le rapport L/l est égal à 10. Après l'évaporation des contacts d'aluminium destinés à l'alimentation de la lame et à la mesure de l'effet Hall, ce rapport est ramené à 5.

Dans ces conditions, les dimensions utiles de la lame sont : 4 x 0,8 mm.

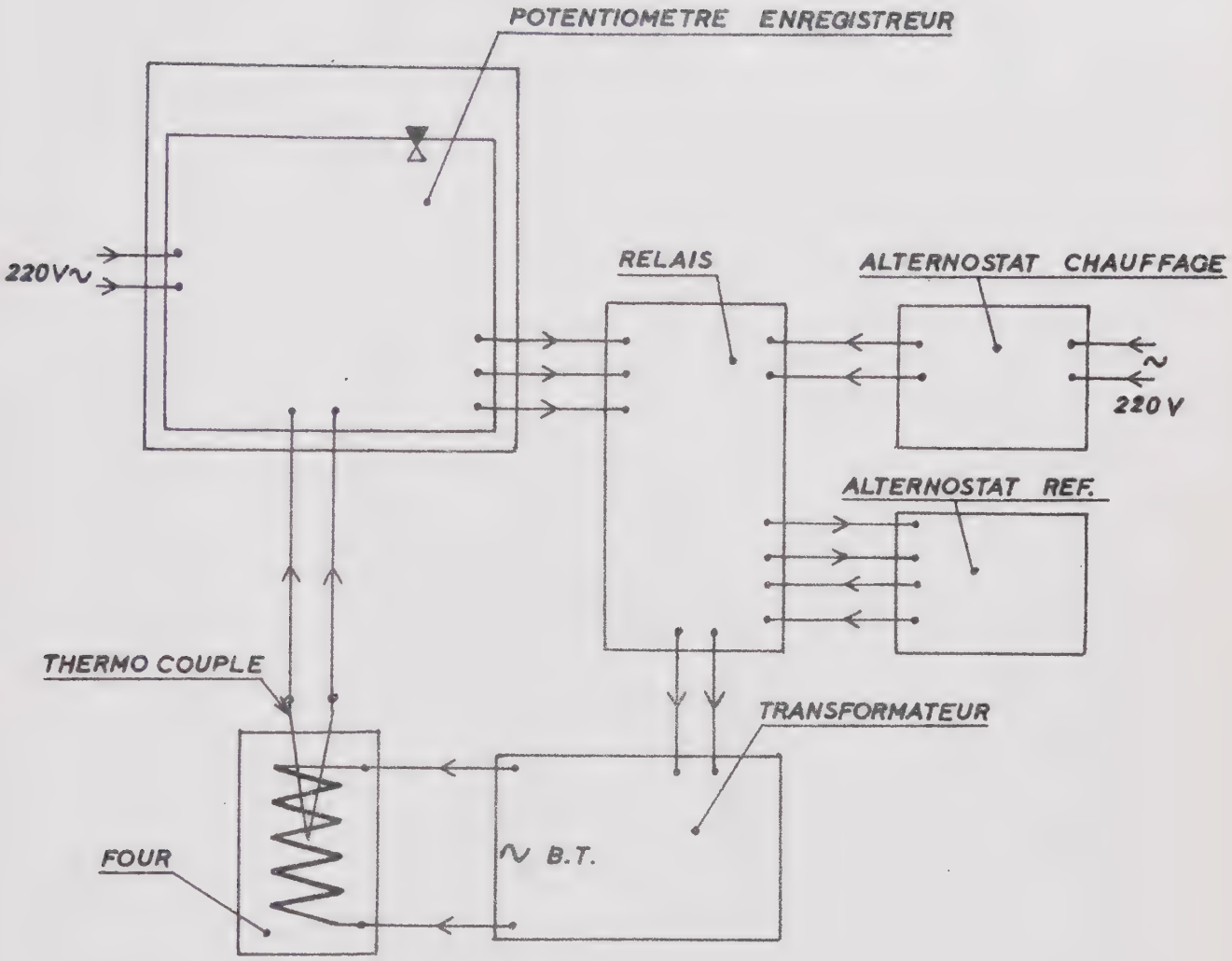
Nous avons vu également que les contacts destinés à la mesure de l'effet Hall devaient être aussi ponctuels que possible. Je leur ai donné une largeur de 0,15 mm.

Finalement, j'ai donc adopté pour la couche d'InSb la forme indiquée sur la figure 3-7.

La forme des contacts de Hall est destinée à assurer un bon contact électrique entre la couche d'InSb et la couche d'Al.

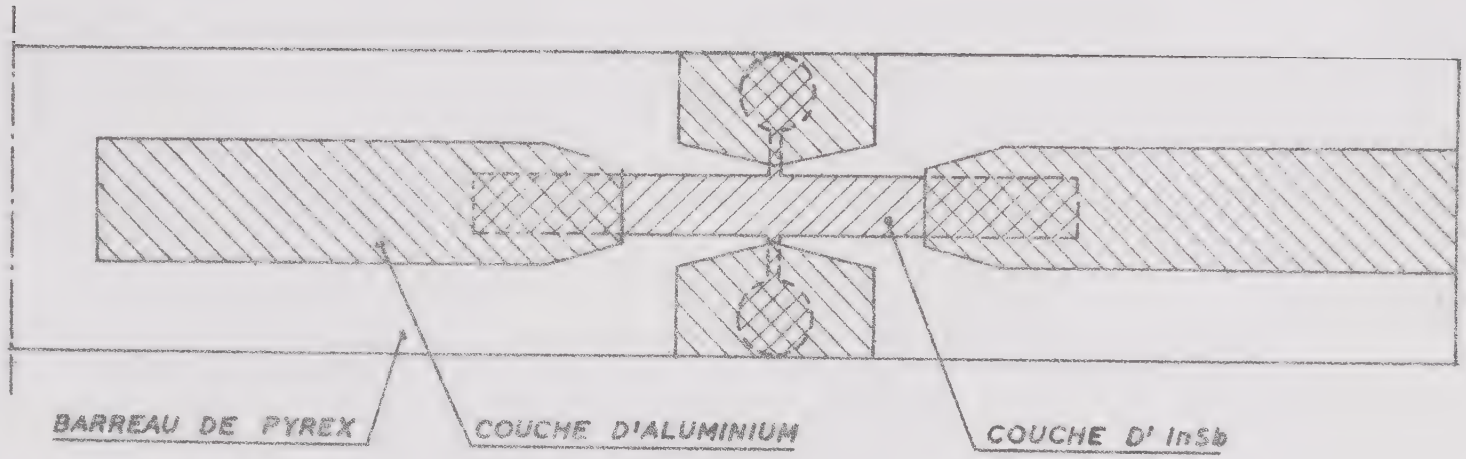
III-52 : Contacts d'alimentation et de mesure de l'effet Hall

Pour amener le courant d'alimentation I à la lame, j'évapore sous vide une couche d'aluminium sur les surfaces hachurées (figure 3-7). Ce métal à l'avantage de ne former aucun composé avec l'indium et l'antimoine aux températures utilisées pour les recuits. Sa résistivité est faible et son adhérence sur le support est très bonne après recuit.



REGULATION DE TEMPERATURE DU FOUR

FIGURE 3_6



Echelle : 10

FIGURE 3 _ 7

L'évaporation de ces contacts se fait donc avant celle de la dernière couche de monoxyde de silicium. Les dimensions de cette couche de SiO sont telles qu'elle recouvre entièrement la partie utile de la Couche InSb et laisse libre l'extrèmité des contacts d'aluminium.

La couche d'antimoniure d'indium est donc entièrement protégée entre deux couches de SiO.

Les liaisons électriques avec le circuit extérieur se font par les extrémités des couches d'aluminium.

III-53 : Divers caches utilisés pour la préparation des lames.

Sur la figure 3-8, j'ai placé en face chaque cache le résultat obtenu après évaporation du corps correspondant.

1 : couche de SiO sur une face du barreau de Pyrex
2 : couche d'indium et cache correspondant
3 : couche d'antimoine et cache correspondant
4 : Contacts d'aluminium
5 : couche SiO
6 : Contacts peints.

Le recuit est fait après l'évaporation n° 5 de la dernière couche de SiO.

III-54 : Porte cache destiné à la préparation de 12 lames de même épaisseur (figure 3-9)

Les caches de la figure 3-8 sont placés dans des logements (1) réservés à cet effet et se trouvent alors dans l'axe de barreau de pyrex (2) qui est maintenu dans la rainure (3) de 4 mm par la bride (4). La lamelle témoin servant à déterminer l'épaisseur est placée en (5).

III-55 : Fabrication des caches

Les caches sont réalisés en clinquant de cuivre de 0,02 mm d'épaisseur par photogravure.

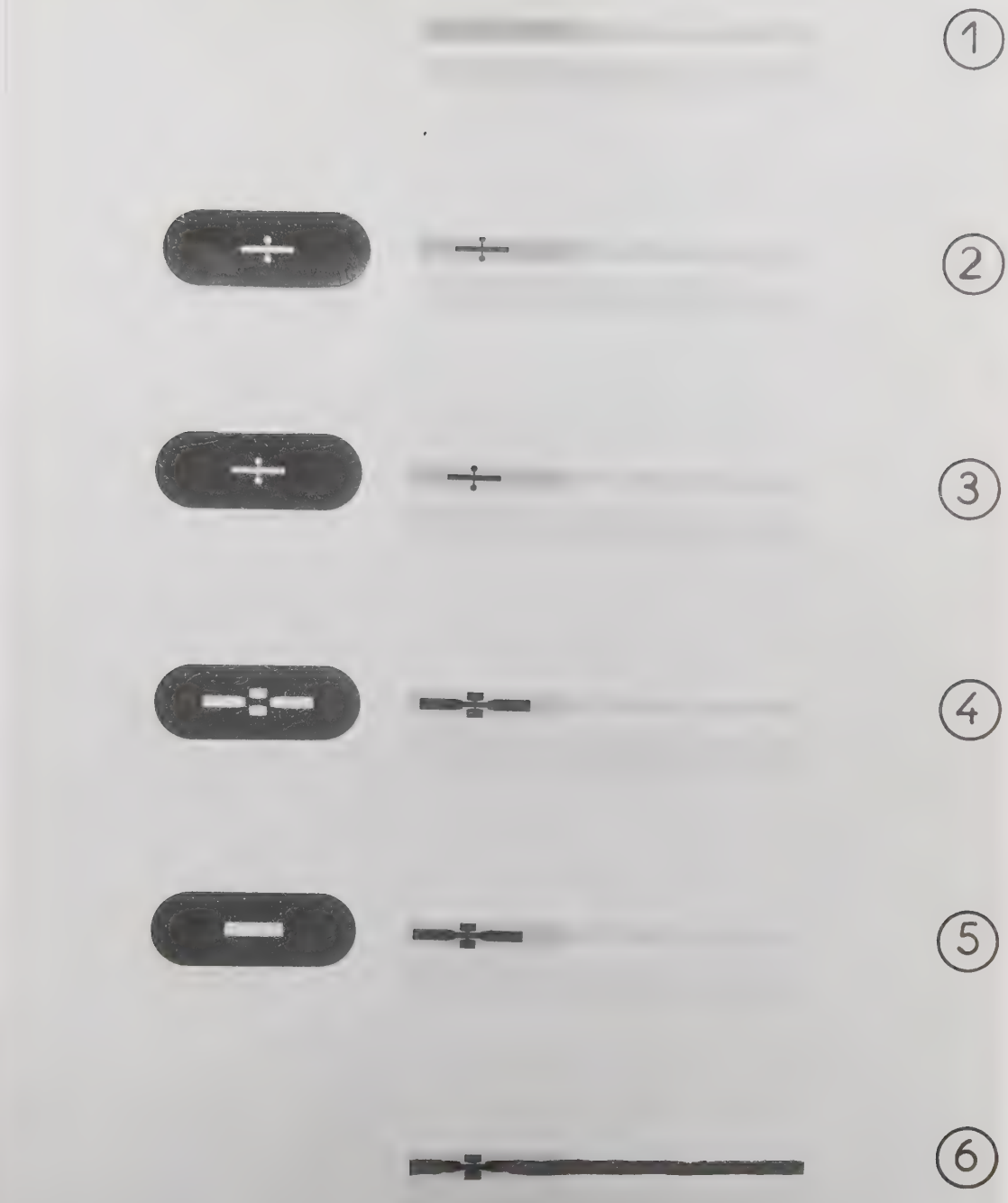


figure : 3 . 8

PORTE CACHES

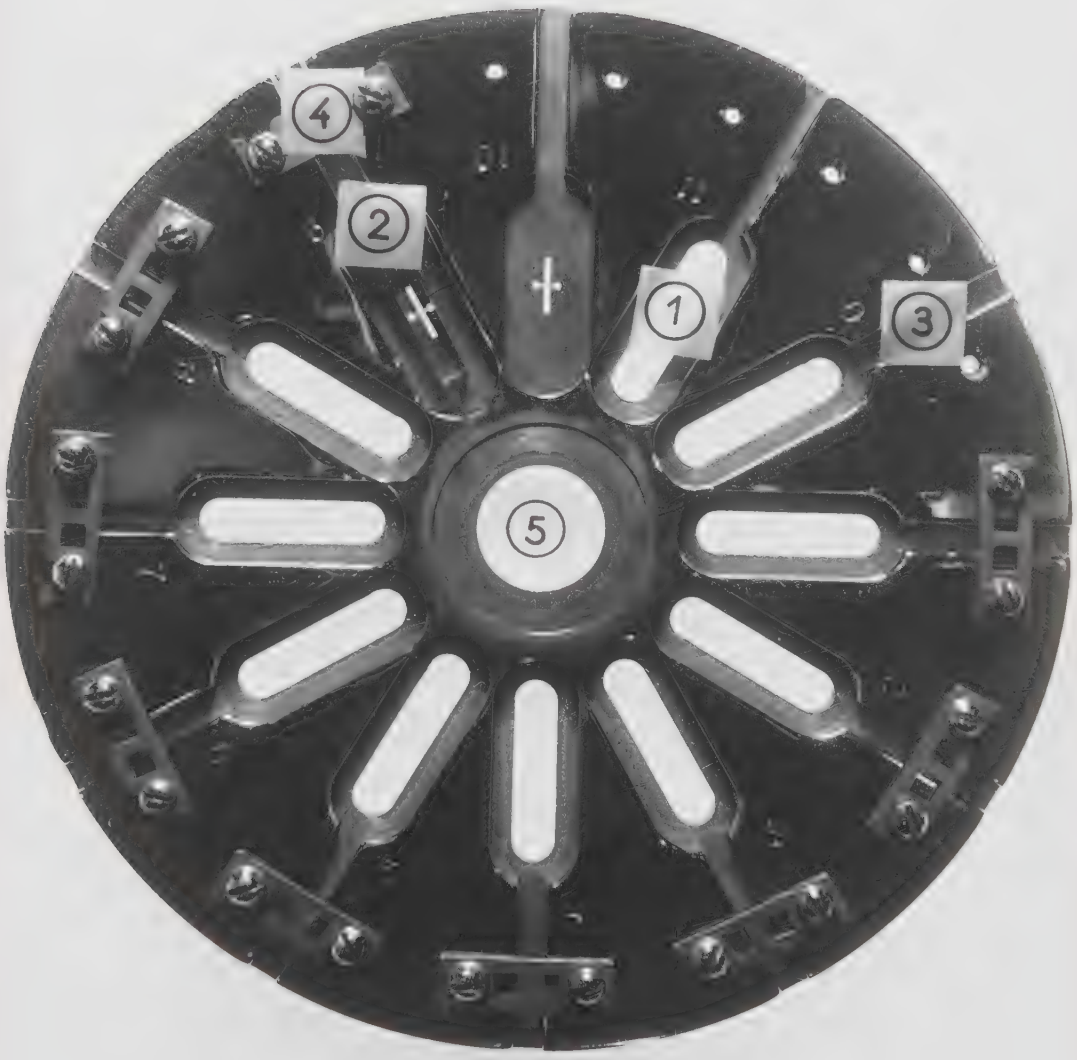


Figure : 3 . 9

0 5 cm

On réalise d'abord à grande échelle sur fond blanc le dessin du cache en laissant en blanc tout ce qui devra être conservé après la photogravure.

Le dessin est photographié sur film de 36 mm à grain très fin et grand contraste (Microfile Kodak).

A partir du négatif précédent, on tire à l'agrandisseur un positif sur film à grand contraste. Cette épreuve positive du cache doit avoir les dimensions que l'on désire obtenir.

Les plaques de clinquant de cuivre sont trempées dans une solution photosensible (Résifax Kodak) puis séchées à l'air et dans l'obscurité pendant 12 heures.

Le positif obtenu précédemment est appliqué fortement sur le clinquant et l'ensemble est exposé pendant 30 secondes à la lumière d'une lampe photoflood de 500 watts. Les parties exposées à la lumière deviennent insolubles dans le trichloréthylène. La face postérieure est également exposée intégralement à la lumière.

Les parties non exposées à la lumière sont alors dissoutes par du trichloréthylène. Aux endroits ou la couche de Résifax est dissoute, le cuivre se trouve mis à nu.

On l'attaque par du perchlorure de fer et on obtient directement les caches de la figure 3-8 à la fin de l'opération.

III-6 : LIAISON ELECTRIQUE ENTRE LA COUCHE MINCE OBTENUE PRECEDEMMENT ET LES CIRCUITS DE MESURE ET D'ALIMENTATION

III-61 : Contacts mécaniques

La dernière opération à faire consiste à relier les contacts en aluminium aux connections reliant la sonde aux appareils de mesure et d'alimentation. Pour cela à l'aide d'une laque conductrice à l'argent, après le recuit, on prolonge les contacts d'aluminium jusqu'à l'autre extrèmité du barreau de pyrex en utilisant pour chaque contact une face du barreau. (figure 3-8 (6).

Après séchage, la laque durci et il est possible de la relier électriquement à un circuit par serrage mécanique.(figure 3-10).

LIAISON ENTRE LA SONDE DE HALL ET LES

CIRCUITS DE MESURE

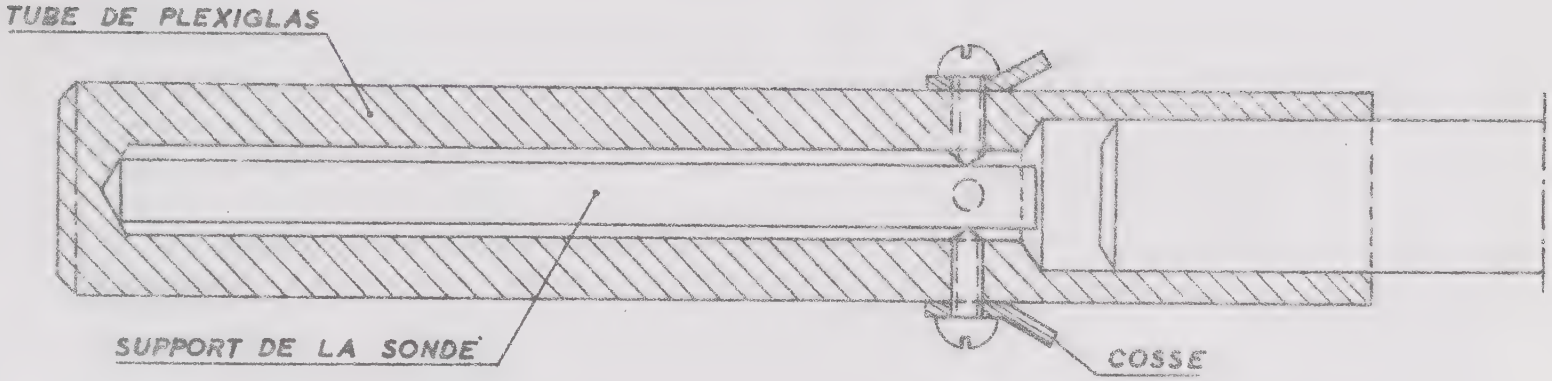
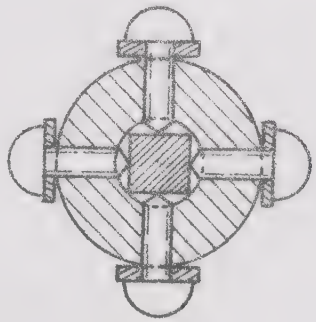


FIGURE 3_10



Echelle : 2

Le tube de plexiglas à l'intérieur duquel est placée la lame sert de support aux 4 contacts électriques (2 d'alimentation, 2 de mesure de l'effet Hall) et en même temps de blindage thermique.

III-62 : Contacts soudés

La méthode précédente à l'avantage de permettre le montage et le démontage rapide de la lame. On peut donc facilement comparer différentes lames et faire des mesures rapides. Par contre, pour une utilisation exclusive des sondes à la mesure des champs magnétiques, j'ai réalisé une fixation moins encombrante des fils sur le support.

Partant d'un barreau de pyrex soigneusement dégraissé et séché, on dépose sur chaque face à une des extrémités une goutte de laque à l'argent (figure 3-11,1) qui après recuit dans une flamme réductrice donne une mince pellicule d'argent qui adhére fortement au verre (figure 3-11,2).

On dépose ensuite sur cette surface argentée une goutte de soudure à l'étain à condition que la soudure utilisée ne contienne pas de résine décapante (figure 3-11,3).

Pour que la goutte de soudure mouille bien la couche d'argent il faut utiliser du chlorure de zinc comme décapant. Le chauffage de la goutte de soudure doit être juste suffisant pour provoquer la fusion. Un chauffage trop prolongé entraine le décollage de la couche d'argent.

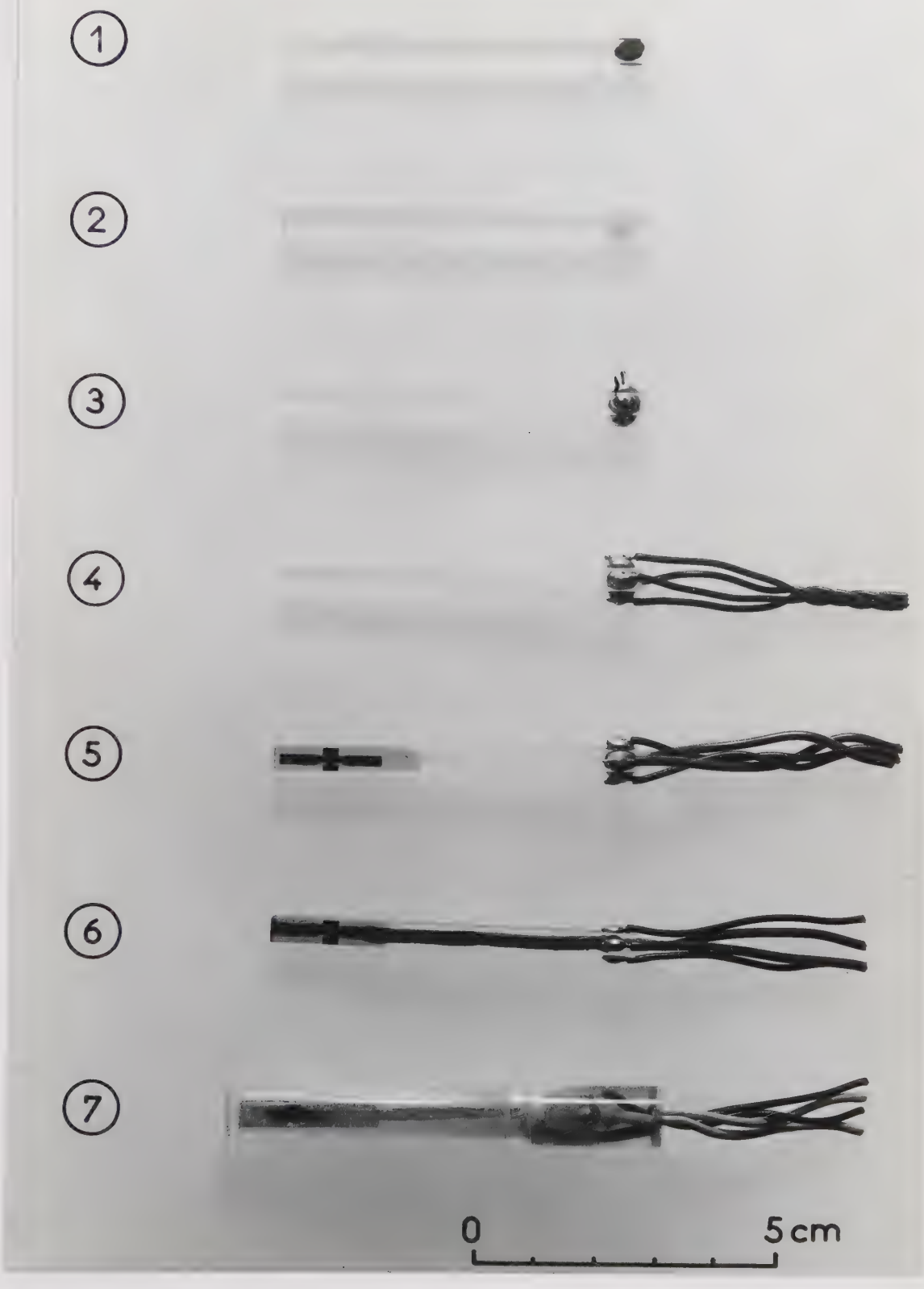
Cette opération terminée il faut souder un fil sur chaque goutte d'étain. Pour cela la soudure doit être faite sans que la fusion se propage jusqu'à la couche d'argent, sans quoi elle se décolle.

Après la soudure des 4 fils sur le barreau il faut procéder à un rinçage soigné pour enlever toute trace de chlorure de zinc.

Le barreau est alors prêt pour faire toutes les évaporations nécessaires à la fabrication d'une couche mince d'InSb.

Cette préparation est faite avant les évaporations car lorsqu'une des soudures se décolle au cours de la fabrication, il est pratiquement impossible de la reprendre, ce qui entrainerait

CONTACTS SOUDES fig: 3 - 11



en même temps la perte de la couche d'antimoniure d'indium.

Lors du recuit, il faut maintenir les soudures à une température suffisamment basse pour éviter la fusion. Pour cela seule l'extrémité du barreau sur laquelle se trouve la couche d'InSb pénètre dans le four. L'autre extrémité qui porte les soudures est serrée dans un bloc de cuivre refroidi par une circulation d'eau pénétrant sous vide.

Après recuit, on relie chaque contact d'aluminium à la goutte de soudure correspondante par un trait de laque conductrice à l'argent (figure 3-11,4). L'ensemble est alors placé dans un tube de plexiglas (figure 3-11,5) qui protège mécaniquement la sonde et sert également de blindage thermique.

BIBLIOGRAPHIE

CHAPITRE III

- PAPAIRODITIS - S.State Phys. 1960, p. 639-644
- E.H. LAYER - F.J. REID, A.B. AUSTIN, J.Electrochem.Soc.U.S.. 1960, 107, 192 C.
- A. COLOMBANI, J.LAUNEY - C.R.Acad.Sci.Fr., sept. 1957, t.245 p. 1 009.
- J.LAUNEY - C.R.Acad.Sci.Fr., Sept. 1957, t. 245, p. 1122.

CHAPITRE IV

RESULTATS EXPERIMENTAUX

RESULTATS EXPERIMENTAUX

IV-1 : TECHNIQUES EXPERIMENTALES

IV-11 : Mesures de l'effet Hall en continu

IV-111 : Compensation de la tension résiduelle en l'absence de champ magnétique

Les différences qui existent entre les divers montages utilisés par les auteurs ayant étudié l'effet Hall en continu, résident dans le circuit de compensation de la tension résiduelle due au courant d'alimentation en l'absence de champ magnétique.

- Une des premières méthodes utilisées au laboratoire (1) figure 4-1) consiste à employer l'artifice suivant : deux sondes s_1 et s_2 sont placées aux extrèmités d'un potentiomètre de grande résistance de façon à ne pas modifier la conductibilité de la lame. La tension de Hall est alors mesurée entre la sonde s et le curseur du potentiomètre.

- Une autre méthode proposée par AIGRAIN (2) consiste à déformer les lignes de courant de façon à placer les deux sondes de Hall sur une même équipotentielle (figures 4-2 et 4-3).

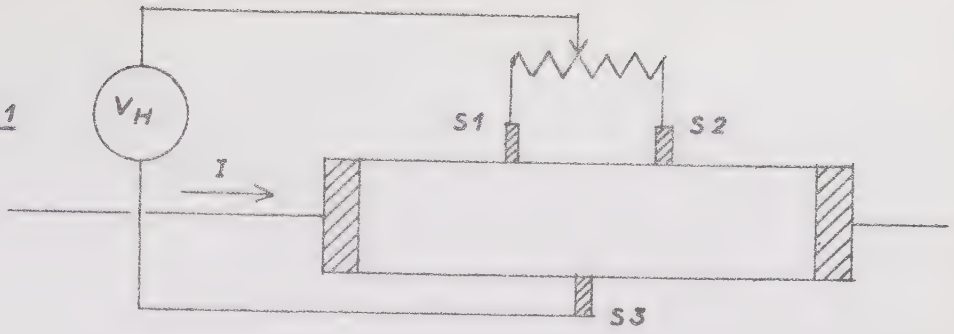
- DEVIN, KOCH et LAMBERT (3) utilisent un montage en pont dans lequel la tension compensatrice est prise dans le circuit d'alimentation de la lame (figure 4-4).

- La dernière méthode est une méthode d'opposition (figure 4-5). C'est celle que j'ai utilisée pour la mesure de l'effet Hall.

La tension de Hall est mesurée entre les points C et D à l'aide d'un microvoltmètre Keithley dont l'impédance d'entrée est de 90 mégohms sur la gamme utilisée. L'impédance interne des sondes de Hall varie de 10 à 20 K-ohms suivant les lames.

La tension compensatrice destinée à annuler la tension résiduelle V_r qui existe entre les sondes de Hall est prise aux bornes d'une résistance R_1 variable dont la valeur maximum est de 100 ohms. Cette résistance est mise en série dans le circuit

FIGURE 4_1



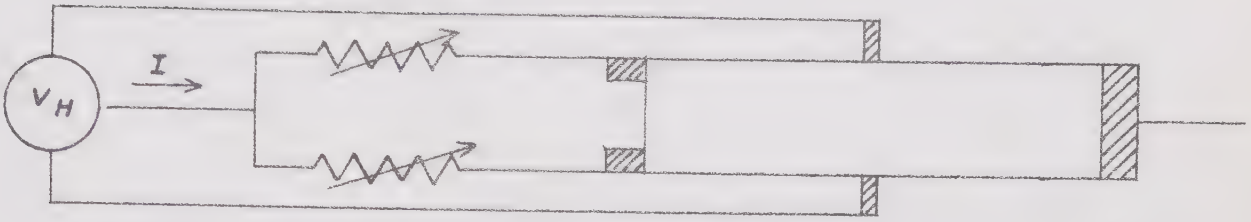


FIGURE 4_2

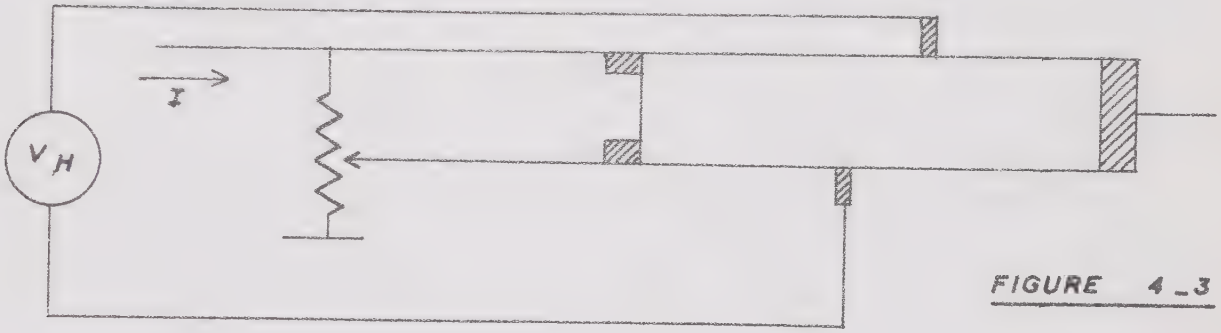


FIGURE 4_3

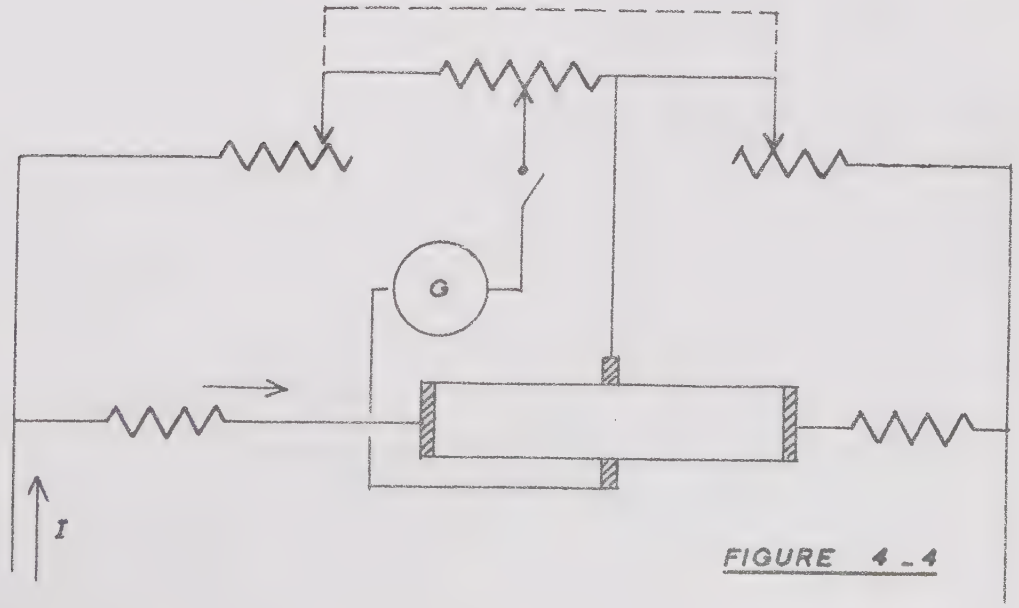


FIGURE 4_4

de mesure de la tension de Hall.

Les résistances R_1, R_2 et R_3 servent à faire le zéro sur le microvoltmètre en l'absence de champ magnétique. Ce sont des rhéostats bobinés de précision à faible coefficient de température. La tension dompensatrice obtenue aux bornes de la résistance R_1 est stable à 0,2 µV près.

Les tensions à compenser sont de l'ordre de quelques centaines de millivolts. Elles varient d'une lame à l'autre suivant la position relative des sondes de Hall et le courant d'alimentation de la lame.

IV-112 : Circuit d'alimentation de la lame (figure 4-5)

Le courant I d'alimentation de la lame est fourni par une pile de 1,5 volts du même type que celle qui est utilisée dans le circuit de compensation. Le circuit d'alimentation est entièrement isolé de la masse et blindé.

Pour les sondes que j'ai utilisées, (L = 4 mm, l = 0,8, h : 1 000 à 1 500 angstroms), il est impossible de dépasser 0,5 milliampère pour le courant d'alimentation, au delà de cette intensité, il se produit un échauffement de la lame et une dérive d'origine thermique de la tension résiduelle, donc du zéro. Les courants d'alimentation que j'ai utilisés ont toujours été inférieurs à 0,1 milliampère.

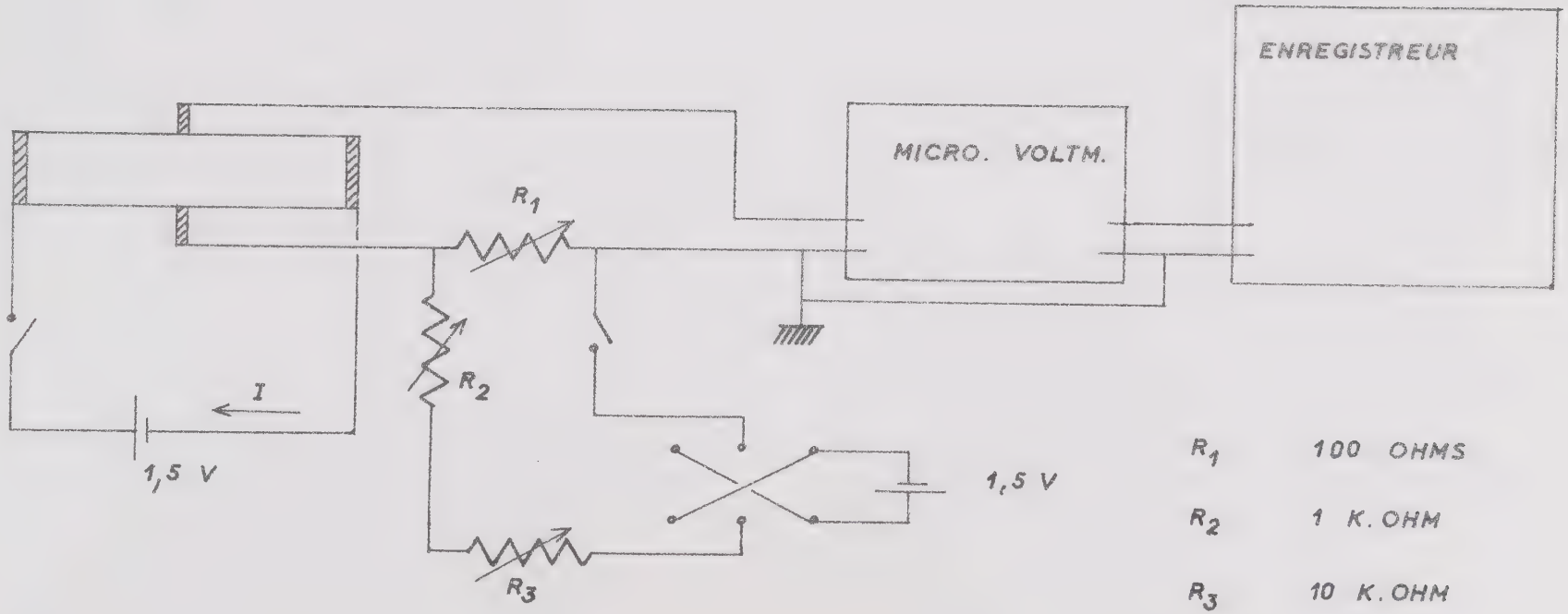
IV-12 : Production des champs magnétiques

Pour les mesures dans les champs faibles, (bruit de fond et sensibilité) j'ai utilisé des bobines de Helmoltz donnant un champ uniforme dans un volume de 250 cm^3. Ces bobines donnaient un champ maximum de 1 000 oersteds pour une intensité de 10 ampères.

Les mesures dans les champs plus élevés ont été faites dans l'entrefer d'un éledtroaimant Beaudouin.

L'étalonnage de ces différents champs a été fait à l'aide d'un gaussmètre R.F.L. à effet Hall avec des sondes en InAs massif, la précision de ces mesures est de $\pm$ 1 %.

FIGURE 4 _ 5


ENREGISTREUR
MICRO. VOLTM.
R1
R2
R3
I
1,5 V
1,5 V
R1 100 OHMS
R2 1 K. OHM
R3 10 K. OHM

IV-2 : ETUDE AU DIFFRACTOGRAPHE ELECTRONIQUE DE LA FORMATION DE LA PHASE InSb

Les couches minces étudiées au diffractographe ont une épaisseur de 700 angstroms. Elles sont déposées sur une couche de carbone amorphe et sont préparées suivant la technique décrite au chapitre III ; c'est à dire que j'ai d'abord déposé sur le film de carbone une couche d'indium puis une couche d'antimoine.

Dans la préparation de ces lames, j'ai supprimé les deux couches protectrices de monoxyde de silicium car leur épaisseur est telle qu'elles arrêtent le faisceau d'électrons. En couche plus mince, le bombardement électronique fait apparaitre sur le SiO des charges électrostatiques qui font diverger le faisceau et empêchent la formation de l'image.

- Le cliché n° 1 de la figure 4-6 a été obtenu avec la couche double indium + antimoine. Les raies de l'indium sont à peine visibles, par contre celles de l'antimoine déposé en excès par rapport à la composition stoechiométrique montrent que ce métal s'est cristallisé aussitôt après l'évaporation.

Une étude particulière faite pour l'antimoine a montré que ce métal déposé par évaporation sous vide sur un support amorphe est finement cristallisé. Quelques minutes après l'évaporation, la structure cristalline de la couche d'antimoine change, il se forme spontanément de gros cristaux (de l'ordre du 100ème de millimètre) qui sont orientés par rapport au support. Ce changement de structure n'a pu être observé qu'en évaporant l'antimoine à l'intérieur du diffractographe.

Les cristaux d'indium sont beaucoup plus petits, que ceux de l'antimoine (environ 100 fois).

- sur le cliché n° 2, c'est à dire lorsque la lame atteint 180°C les raies de l'indium sont disparues. Ce métal a fondu à 156°C et le composé InSb commence à apparaitre à l'état de traces. Du fait que les lames n'ont pas été recuites sous SiO, il apparait à partir de 350°C de l'oxyde d'indium.

- à 450°C (cliché n° 3) on observe encore les raies de l'antimoine et celles de l'InSb sont plus nettes.

(1)

(2)

FIGURE 4.6

(3)

(4)

La lame a ensuite été maintenue 1 heure à cette température et à la fin de ce recuit, il subsistait encore des traces d'antimoine.

- le cliché n° 4 pris après retour à la température ambiante montre que l'antimoine déposé en excès reste à l'état de traces. Le composé InSb est complètement formé et finement cristallisé.

IV-3 : INFLUENCE DU RECUIT SUR LA RESISTIVITE ET L'EFFET HALL

IV-31 : Cas des couches contenant un excès d'indium par rapport à la composition stoechiométrique.

Nous avons vu au chapitre III qu'il était très difficile de préparer des lames ayant exactement la composition stoechiométrique. Les différentes séries de lames que j'ai étudiées ont donc tantôt un excès d'indium, tantôt un excès d'antimoine. J.LAUNEY (bibl.chapitre III) a montré que l'effet Hall des couches minces d'antimoniure d'indium était négligeable pour des températures de recuit de l'ordre de 350°C. Tous les recuits que j'ai effectués ont donc été faits à des températures comprises entre 470 et 520°C.

Sur la figure 4-7, j'ai porté les résistivités de deux séries de lames contenant un excès d'indium, en fonction de la durée du recuit. La série B, contient 53 % d'atomes d'indium et 47 % d'atomes d'antimoine, elles ont été recuites à 470°C, leur épaisseur est de 1 300 Å. Celles de la série C ont une épaisseur de 1 670 Å et ont été recuites à 480°C, elles contiennent 51,5 % d'atomes d'indium et 48,50 % d'atomes d'antimoine.

Tous les recuits ont été faits dans les mêmes conditions de chauffage et de refroidissement. Seul changeait le temps pendant lequel la lame était maintenue à la température maximum. Les montées en température ont été faites à raison de 1° à la minute, les refroidissements à raison de 2° à la minute.

Dans ces conditions, on observe sur les courbes de la figure 4-7 une décroissance de la résistivité des lames lorsque l'on augmente la durée du recuit. On peut considérer que l'évolution de la lame est terminée lorsqu'elle a été maintenue

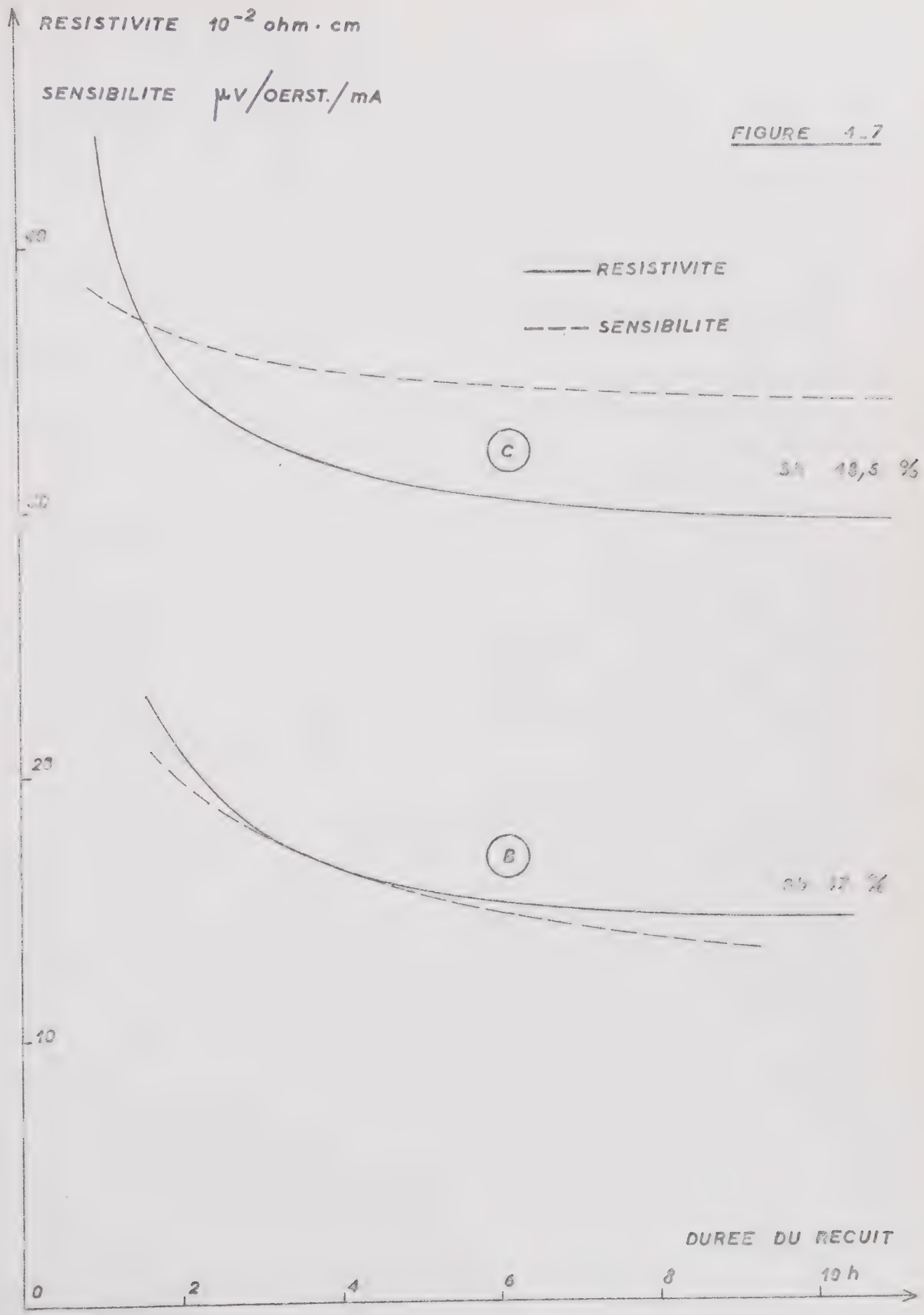

RESISTIVITE 10^{-2} ohm · cm
SENSIBILITE μV/OERST./mA
RESISTIVITE
SENSIBILITE
C
B
DUREE DU RECUIT
0
2
4
6
8
10 h

FIGURE 4.7

4 heures à 470 ou 480°C.

En même temps que l'évolution de la résistivité, j'ai suivi l'évolution de la tension de Hall R_H. Pour toutes les lames que j'ai étudiées, R_H était négatif, c'est-à-dire que dans tous les cas la conductibilité est électronique. Les lames obtenues sont donc toujours de type n. Au lieu de porter la constante de Hall R_H sur la figure 4-7, j'ai tracé les courbes donnant l'évolution en fonction de la durée du recuit, de la sensibilité des lames, c'est-à-dire la tension de Hall en microvolts que donnerait la lame si elle était traversée par un courant de 1 mA et placée dans un champ de 1 oersted.

Cette notation permet de comparer plus rapidement la qualité de différentes sondes n'ayant pas la même épaisseur et traversées par des courants différents.

Nous voyons que les sensibilités maximales sont obtenues pour des durées de recuit minimales.

Dans le cas des lames contenant plus de 50 % d'atomes d'indium on aurait donc intérêt à les recuire au minimum de façon à obtenir un maximum de sensibilité, si elles sont utilisées pour la mesure des champs magnétiques. Nous verrons plus loin que des conditions de stabilité et de vieillissement empêchent de conserver cette conclusion.

IV-32 : Cas des couches contenant un excès d'antimoine par rapport à la composition stoechiométrique

Dans le cas des lames contenant un excès d'antimoine, cette évolution en fonction du recuit est beaucoup moins nette.

J'ai groupé dans le tableau suivant, les résultats concernant une série de lames contenant 53 % d'atomes d'antimoine et 47 % d'atomes d'indium.

J'ai étudié l'évolution de la résistivité et de la sensibilité en fonction de la température de recuit et de la vitesse de refroidissement. Dans ce tableau, il est impossible de distinguer une évolution quelconque et ceci s'est reproduit pour toutes les séries de lames contenant un excès d'antimoine.

Dans ce cas, on peut donc considérer le recuit comme terminé après 1 heure de chauffage à 470°C.

RESULTATS CONCERNANT UNE SERIE DE LAMES CONTENANT 53 % D'ATOMES D'ANTIMOINE

Température de recuit en d°C	Durée de recuit en heures	Vitesse de refroidissement en d°C par minute	Résistance en K ohms	Sensibilité en µV/oert/mA
470 °	1	2	17,7	35,200
470 °	1	0,5	13,2	28,800
470 °	1	0,3	15	25,600
490 °	1,30	2	16,1	31,500
490 °	1,30	0,3	25	28,400
500 °	0,10	1	16,2	29,200

IV-4 : INFLUENCE DE LA COMPOSITION SUR LA SENSIBILITE DES LAMES OBTENUES.

J'ai recuit dans des conditions identiques, un certain nombre de lames ayant sensiblement la même épaisseur (1 200 à 1 500 Å) mais de composition différente. (1 heure à 470°C)

On constate (figure 4-8) que la sensibilité augmente lorsqu'on se rapproche de la composition stoechiométrique.

Il semble d'après les courbes que j'ai obtenues que des lames ayant cette composition et préparées comme celles que j'ai étudiées pourraient donner des sensibilités de l'ordre de 100 µV/oerst/mA.

IV-5 : COEFFICIENT DE TEMPERATURE

Le coefficient de température des différentes lames que j'ai étudiées est toujours négatif, dans le domaine ou je les ai étudiées (entre 0 et 100°C).

Comme précédemment j'ai comparé les lames ayant des compositions différentes.

Sur la figure 4-9, j'ai porté l'évolution des résistivités des deux lames contenant l'une 53 % d'atomes d'antimoine l'autre 48,5 %, en fonction de la température entre 0 et 100°C. Le coefficient de température de la première à 20° est de $-6,2.10^{-3}$. Pour l'autre il vaut $-7,3.10^{-3}$.

Comme on a intérêt pour les mesures de champ par effet Hall a avoir un coefficient de température aussi faible que possible, on aura donc intérêt à utiliser des lames contenant un excès d'antimoine.

IV-6 : VIEILLISSEMENT

J'ai constaté que la résistivité des lames évoluait dans le temps après recuit. Cette évolution peut être considérable pour certaines lames.

Sur la figure 4-10, j'ai porté les résistances d'une série de lames contenant un excès d'indium en fonction de la

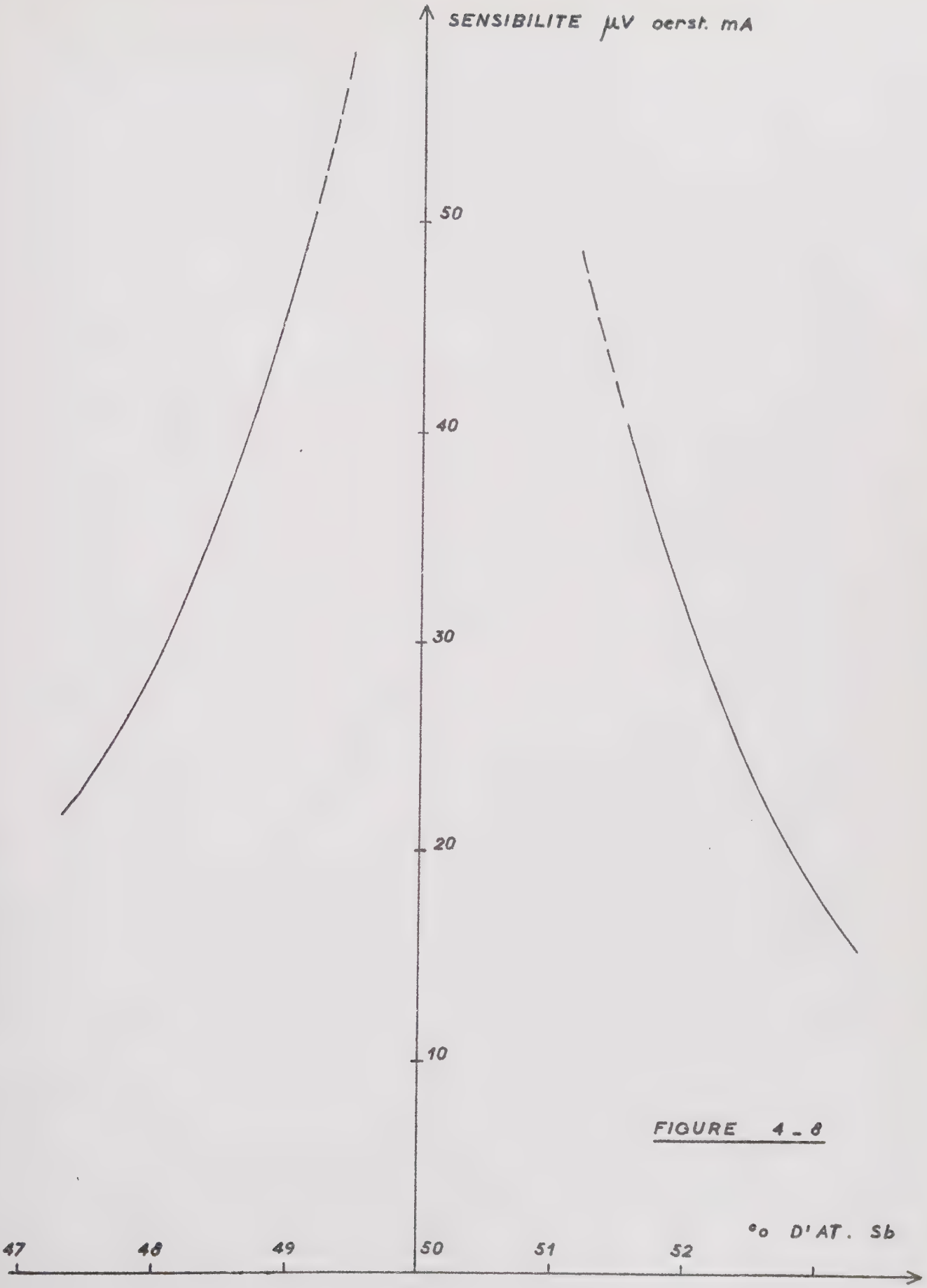


FIGURE 4 - 8

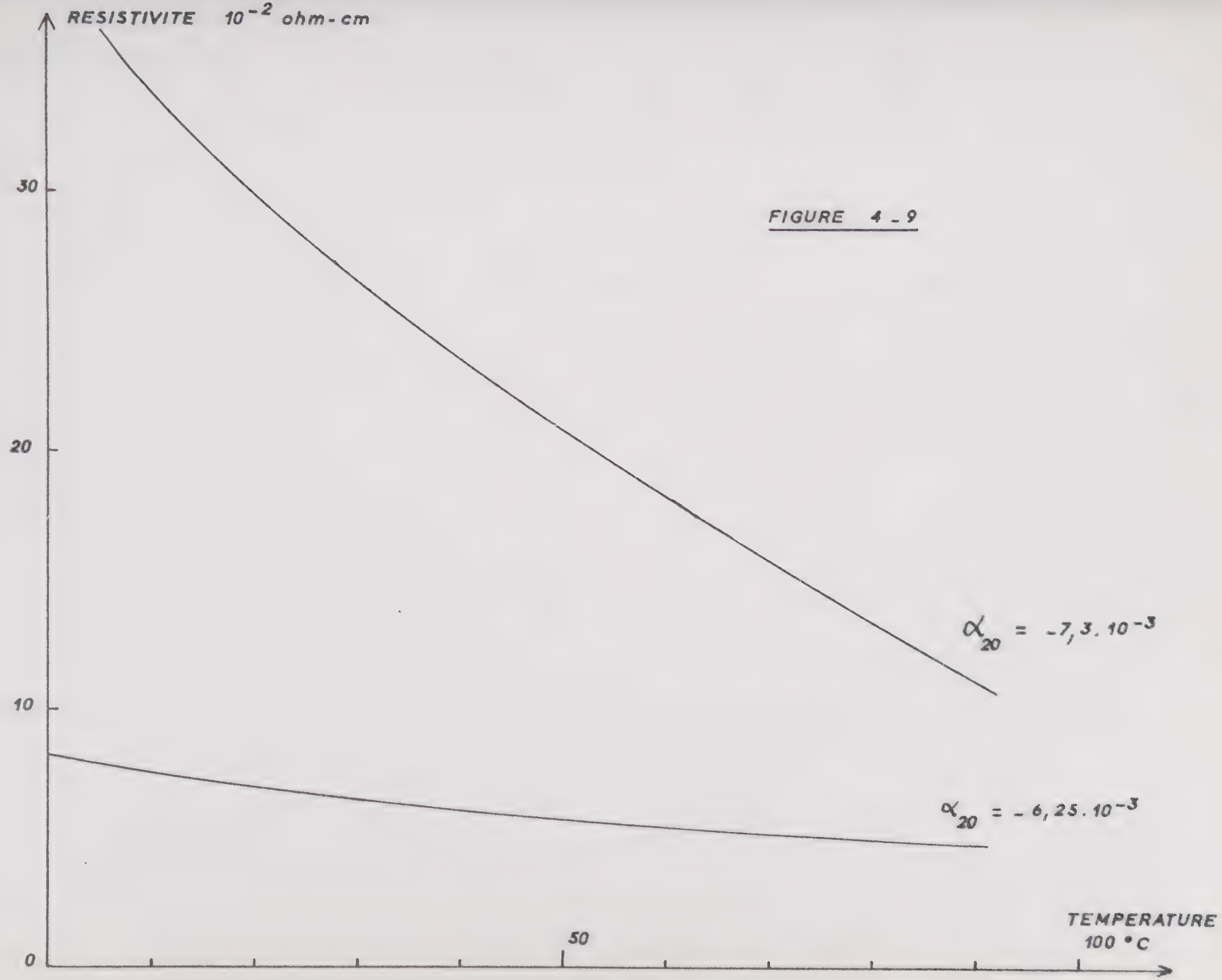
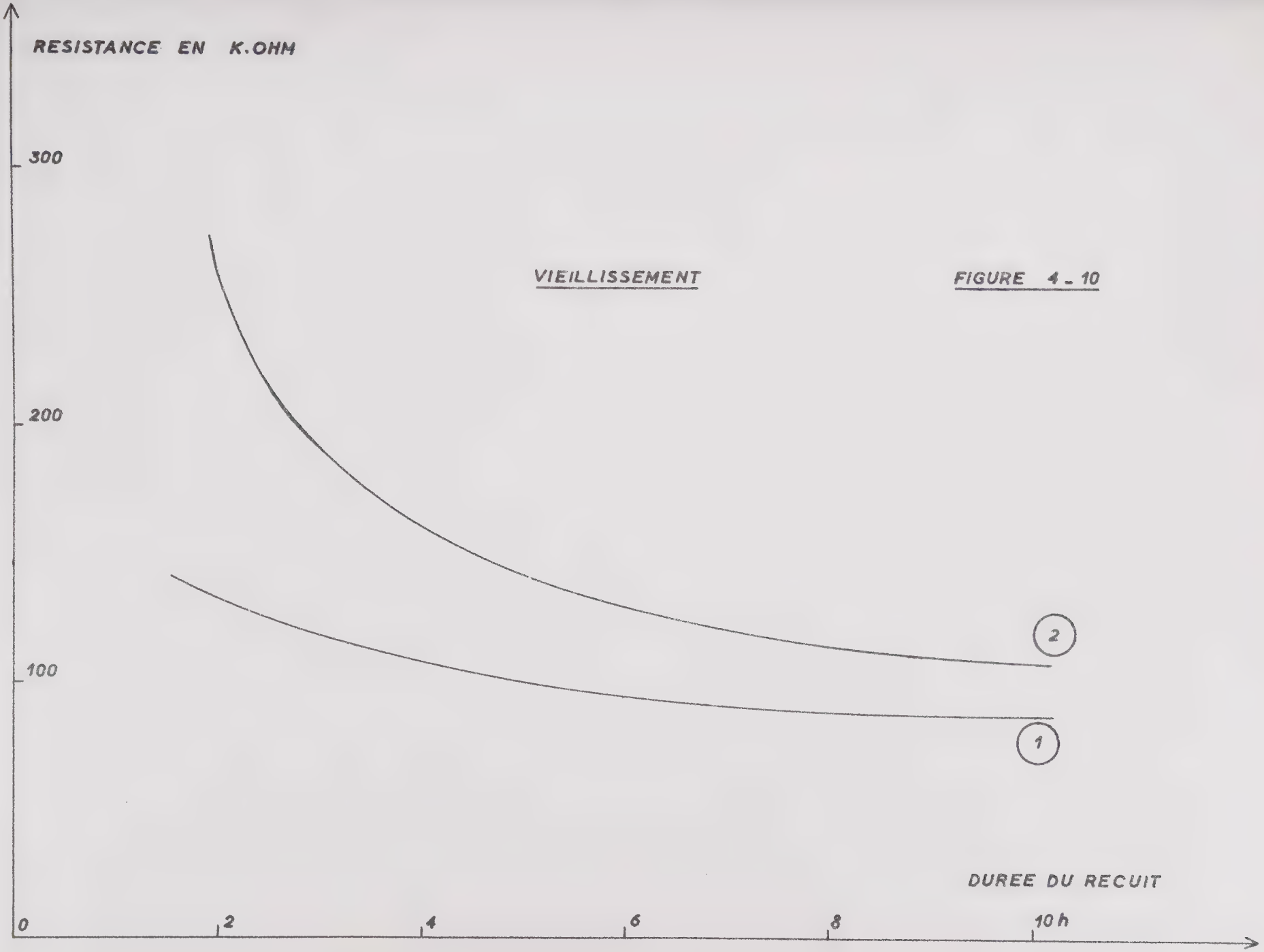

RESISTIVITE 10⁻² ohm-cm
30
20
10
0
50
TEMPERATURE
100 °C
α20 = -7,3.10⁻³
α20 = -6,25.10⁻³

FIGURE 4 - 9


RESISTANCE EN K.OHM
300
200
100
VIEILLISSEMENT
FIGURE 4 - 10
2
1
DUREE DU RECUIT
0
2
4
6
8
10 h

durée du recuit (courbe 1). La courbe 2 donne la résistance des mêmes lames après 70 jours. On obtient des courbes intermédiaires pour des vieillissements moins longs.

L'accroissement relatif de la résistance de la lame après le recuit est d'autant plus faible que les lames ont été recuites plus longtemps.

La sensibilité des lames évolue dans le même sens que la résistance. Ce phénomène est général pour toutes les lames contenant un excès d'indium.

Par contre, il disparait complètement lorsque les lames contiennent un excès d'antimoine. Plusieurs séries de lames ne montrent aucune évolution 40 jours après le recuit.

Ce phénomène de vieillissement étant très génant dans le cas des sondes destinées à la mesure des champs magnétiques à cause du réétalonnage qui devient nécessaire avant la mesure, on aura donc dans ce cas, intérêt à utiliser des sondes contenant un excès d'antimoine.

IV-7 : MAGNETORESISTANCE ET LINEARITE

J'ai étudié ces deux phénomènes dans des champs compris entre 0 et 15 000 oersteds. Il m'a été impossible d'étudier des lames dans des champs plus élevés à cause de la largeur de l'entrefer nécessaire pour introduire la lame et son blindage thermique. Du fait de la forme allongée de la lame, le phénomène de magnétorésistance est très faible.

Dans les cas les plus défavorables, la variation de résistance de la lame reste toujours inférieure à 1 % dans un champ de 15 000 oerteds.

La tension de Hall recueillie est proportionnelle au champ entre 0 et 15 000 oersteds. Cette linéarité n'a pu être vérifiée avec une précision supérieure à 2 %, les appareils de mesure dont je disposais ne permettant pas une précision plus grande.

IV-8 : BRUIT DE FOND

Lorsque l'on veut faire des mesures dans les champs faibles on constate si on augmente la sensibilité de l'appareil servant à mesurer V_H, qu'il existe entre les sondes de Hall une certaine tension de bruit dont l'amplitude reste constante lorsque les dispositifs de mesure ont atteint la température de fonctionnement. Pendant la période de chauffage cette tension de bruit estpartiellement cachée par une dérive d'origine thermique.

J'ai constaté en examinant au microscope métallographique, des lames ayant une forte tension de bruit, que les couches d'aluminium servant de contacts présentaient des micro-ruptures sur le contour de la couche d'InSb qui se trouve en dessous. Dans ce cas là, il se produit toujours une légère diffusion de l'aluminium dans la partie utile de la couche d'InSb au voisinage des contacts.

Pour éviter ces ruptures, j'ai augmenté l'épaisseur de la couche d'aluminium.

La diffusion se produit pour des températures de recuit supérieure à 500°C.

En limitant les recuits à 500°C, j'ai obtenu des sondes de Hall ayant un bruit de fond dont l'amplitude était égale à la tension de Hall que fournit la lame placée dans un champ de 10 oersteds ; c'est à dire que pour les champs supérieurs à 500 oersteds, la précision est meilleure que 2 %.

Les fluctuations de la tension de Hall dans les champs faibles augmentent avec la résistance des lames.

Lorsque l'on utilise des lames trop résistantes, il apparait dans les cables coaxiaux, lorsqu'on les déforme, des charges électrostatiques. Les variations de tension qui en résultent viennent s'ajouter aux tensions de bruit précédentes.

C'est pour cette raison que je n'ai pas utilisé de lame d'épaisseur inférieure à 1 000 Å bien que les constantes de Hall que l'on observe pour ces épaisseurs soient plus élevées (J.LAUNEY).

Les mesures du bruit de fond ont été faites par ... -

enregistrement de la tension de Hall sur un enregistreur Philips et en utilisant comme amplificateur à courant continu le micro-voltmètre Keithley.

CONCLUSION

En partant de lames préparées par la méthode que j'ai indiquée au chapitre III, on obtiendra les meilleurs résultats en se limitant à des épaisseurs comprises entre 1 000 et 1 500 Å

S'il n'est pas possible d'obtenir la composition stoechiométrique les lames devront contenir un léger excès d'antimoine.

Les sondes seront alors recuites 1 à 2 heures à 470°C Dans ces conditions, il sera possible de faire des mesures de dhamp magnétique entre 500 et 15 000 oersteds avec une précision de l'ordre de 2 %.

BIBLIOGRAPHIE

CHAPITRE IV

(1) - P. HULT, Diplome d'Etudes Supérieures, Caen, juillet 1956

(2) - AIGRAIN - Annales de Radioélectricité, IX, 35, 1954

(3) - B.DEVIN, L.KOCH, G.LAMBERT - Colloque International sur les semiconducteurs, 1961, p. 556

- J.W. BUTTREY - J.of.Sci.Instrum. Vol.30, N° 9, 1959
- O.LINDBERG, Proceedings of I.R.E. 1952, p. 1414
- A. COLOMBANI, J.LAUNEY, J.C.LECORDIER, C.R.Acad.Sci.Fr., 1961, t.253, p. 411
- G.FISCHER, D.GREIG, E.MOOSER, Rev.Of Sci.Instrum. 1961, 32, n° 7, p. 842
- B. KOSTYSHYN, D.D. ROSHON jr., Proc.of the I.R.E. mars 1959, p. 451
- Von H. WOHLMUTH - Siemens Zeits, avril 1958, 4, p. 214
- F.KUHRT, Siemens Zeits, 1954, 28, p. 370

Ce travail a été effectué au Laboratoire de Physique des Couches Minces à la Faculté des Sciences de l'Université de CAEN, sous la direction de Monsieur le Professeur COLOMBANI.

VU
LE Président de la Thèse

VU
Le Doyen,

VU et permis d'imprimer

Caen, le

LE RECTEUR, Président du Conseil de l'Université